

THÈSES

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR INGÉNIEUR

PAR

Maurice BERNARD

Ingénieur E. N. S. R. G.

Licencié ès Sciences

PREMIÈRE THÈSE

**Contribution à l'étude
des dispositifs d'analyse thermique
différentielle à compensation automatique**

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 24 Février 1965, devant la Commission d'Examen

MM. Ch. EYRAUD

Président

L. EYRAUD

M. RICHARD

R. GOUTTE

} Examinateurs

LYON

Imprimerie BOSC Frères

42, quai Gailleton, 42

1965

THÈSES

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR INGÉNIEUR

PAR

Maurice BERNARD

Ingénieur E. N. S. R. G.
Licencié ès Sciences

PREMIÈRE THÈSE

**Contribution à l'étude
des dispositifs d'analyse thermique
différentielle à compensation automatique**

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 24 Février 1965, devant la Commission d'Examen

MM. Ch. EYRAUD

Président

L. EYRAUD

M. RICHARD

R. GOUTTE

} Examineurs

LYON

Imprimerie BOSC Frères
42, quai Gailleton, 42

1965



Digitized by the Internet Archive
in 2026

UNIVERSITE DE LYON

FACULTE DES SCIENCES

Doyens honoraires

MM. LONGCHAMBON, DOUIN, MOUSSA, GAUTHIER Henri.

Professeurs honoraires

MM. LOCQUIN, de LARAMBERGUE, SOLLAUD, MENTZER, MOUSSA, JAFFARD, DOUIN,
EYRAUD Henri, DEJARDIN, VIRET.

Doyen

M. BRACONNIER

Assesseurs

MM. MESNARD
BOIDIN

Professeurs

MM. LONGCHAMBON	Minéralogie
PRETTRE	Chimie Industrielle
COURTY	Chimie-Physique
KUHNER	Botanique
MALECOT	Mécanique rationnelle et appliquée
PARIS	Chimie minérale
AUMERAS	Chimie générale II
COLONGE	Chimie organique
JANIN	Physique générale
FLANDRIN	Géologie appliquée
BERNARD	Physique industrielle
DUFAY Jean	Astronomie
NIGON	Zoologie expérimentale
GAUTHIER Henri	Géologie générale
WAUTIER	Zoologie

CHOPIN	Chimie biologique
CUEILLERON	Chimie
BRACONNIER	Calcul différentiel et intégral
EYRAUD Charles	Chimie-Physique appliquée
SARAZIN	Physique nucléaire
BOIDIN	Microbiologie et Mycologie
PERES	Physiologie
MESNARD	Electronique
GRANDMONTAGNE	Physique
BOUTILLIER	Minéralogie
LAFOUCRIERE	Physique nucléaire théorique
DREUX	Chimie organique
TEICHNER	Chimie industrielle
PAVANS DE CECCATTY	Zoologie
MERLIN	Chimie analytique
DUFAY Maurice	Physique de l'Atmosphère
LUBET	Physiologie
PHILBERT	Physique nucléaire
COHEN - ADAD	Chimie
DAVID Louis	Géologie générale
CHANEL	Psychophysiologie
MAURY	Méthodes mathématiques de la Physique
DEPRAZ	Physique nucléaire
GAUTHIER Jean	Chimie
GAUME	Physique expérimentale

Professeurs sans chaire

MM. FERON	Mathématiques
LAFORGUE	Physique
LEGAY	Zoologie expérimentale S.P.C.N.
UZAN	Physique S.P.C.N.
CHENEVOY	Géologie appliquée
GINET	Zoologie
ASCH	Physique
MICHEL Pierre	Minéralogie

	DU CET	Biologie végétale
Mle.	MAITROT	Physique
	GEVIN	Géologie générale
	PONASSE	Mathématiques
	d'INCAN	Physique
	LEFEBVRE	Mathématiques
	PERNET	Mathématiques
	CHERY	Physique
	BERGEON	Physique C.S.U.
Mle.	GAUTHERON	Chimie biologique

Maîtres de Conférences

Mme.	ERICSON	Physique générale
MM.	MARTEL	Mécanique
	MATHIEU	Mécanique des fluides
	ERBEIA	Physique
	DESCOTES	Chimie organique
	PICARD Philippe	Mathématiques
	LEMOIGNE	Botanique
	DEMARCO	Géologie générale
	MICHEL Georges	Biochimie
	LEBRETON	Biologie végétale
	DAVID Jean	Biologie animale
	TOUSSET	Chimie propédeutique
	FEUVRAIS	Physique Electricité
	PICARD Claude	Mathématiques
	SCHMITT	Physique M.P.C.
	LAURENT	Chimie organique
	ROT	Mathématiques
	BETHOUX	Mathématiques T.M.P.
Mle.	CALAIS	Mathématiques C.S.U.
	GUSAKOW	Physique
Mle.	THOMAS	Chimie minérale.

M. PIERON	<u>Maître de Conférences adjoint</u> : Chimie
M. BURNET	<u>Conseiller Administratif</u>
M. ROUX	<u>Secrétaire Principal Honoraire.</u>

Ce travail a été effectué au Département de Physique de l'Institut National des Sciences Appliquées, dans le laboratoire de Monsieur Le Professeur L. EYRAUD. Nous sommes heureux de pouvoir exprimer à celui-ci notre profonde gratitude pour le soutien constant et pour les multiples suggestions qu'il nous a prodiguées.

Nous sommes très reconnaissant à Monsieur M. RICHARD, Maître de Conférences à l'Institut National des Sciences Appliquées, pour l'aide constante qu'il nous a apportée depuis le début de nos recherches, pour la façon si cordiale avec laquelle il nous a toujours fait profiter de son expérience en la matière et pour les nombreuses idées qu'il nous a données.

Nous remercions Monsieur Le Professeur Ch. EYRAUD d'avoir accepté de présider notre Jury, d'avoir bien voulu s'intéresser à nos recherches et de nous avoir donné d'utiles conseils durant cette étude.

Nous assurons de notre gratitude Monsieur R. GOUTTE, Maître de Conférences à l'Institut National des Sciences Appliquées, qui a bien voulu s'intéresser à notre étude et qui a accepté d'être membre de notre Jury.

Nous ne saurions oublier Monsieur R. REYNAUD, Chef de Travaux à l'Institut National des Sciences Appliquées dont une partie de ce travail est aussi le sien puisqu'il étudie déjà depuis longtemps les calorimètres à capteurs thermorésistants.

Nos remerciements vont aussi à tous nos camarades de laboratoire qui ont toujours été à notre disposition lors de la discussion de nos problèmes et qui créent une atmosphère de travail si agréable et si fructueuse. Nous pensons en particulier à Monsieur R. ISAAC, camarade d'Ecole à l'ENSRG et Assistant à l'Institut qui s'est toujours passionné pour notre étude et qui nous a aidé lors de nombreuses expériences.

Ces travaux ont pu être effectués grâce à l'appui du Commissariat à l'Energie Atomique et particulièrement de Monsieur ELSTON, Chef de la Section d'Etude des Réfractaires auquel j'exprime mes vifs remerciements.

TABLE des MATIERES

	Pages
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I : Appareillage	2
1°/ L'enceinte chauffante	2
2°/ La programmation	3
3°/ Le calorimètre	5
CHAPITRE II : Le détecteur	8
Choix du montage	8
Choix de la f.e.m. d'alimentation	9
Variation de la sensibilité avec la température	10
Pouvoir de résolution	11
Puissance dissipée dans les enroulements détecteurs par la f.e.m d'alimentation du pont	12
CHAPITRE III : Dispositif de réinjection	13
1°/ Bloc diagramme du dispositif	13
2°/ Le générateur 270 Hz	14
3°/ Amplificateur de compensation	14
4°/ L'indicateur de voie	16
5°/ Le wattmètre enregistreur et les circuits de Mesure	19
CHAPITRE IV : Etude du système asservi	21
1°/ Cas d'un phénomène permanent	21
Variation du taux de réinjection avec la puissance incidente	21
Linéarisation du système asservi	22
Réalisation	23
Cas d'un dégagement de chaleur permanent dans la cellule laboratoire	24
2°/ Cas d'un phénomène transitoire	24
Analyse harmonique	24
Conclusion	26

CHAPITRE V : Mesures	27
Etalonnage du wattmètre	27
Mesure du taux de réinjection	28
Etude de la dérive	29
Mesure en analyse thermique différentielle	30
Perspective d'utilisation en calori- métrie balistique	31
Tableaux de mesures	32
CONCLUSION	36
BIBLIOGRAPHIE	33

INTRODUCTION

Nous nous sommes proposés de mettre au point un calorimètre différentiel dans lequel les variations d'enthalpie produites dans la cellule laboratoire seraient compensées par un apport d'énergie Joule, la détection du déséquilibre thermique s'effectuant au moyen de capteurs thermorésistants bobinés autour de chaque cellule.

L'utilisation de tels capteurs n'est pas une idée nouvelle en calorimétrie différentielle puisque dès 1913 ROBINSON et RUTHERFORD (1) à la suite des découvertes de SIEMENS (1971) et de CALENDAR (1890) ont pu mesurer "l'effet thermique du Radium et de son émanation" au moyen d'un tel dispositif. Leur calorimètre comprenait deux cellules constituées chacune d'un tube de verre sur lequel était bobiné un fil de platine. Ces deux résistances formaient avec deux résistances en manganine un pont de Wheatstone dont le courant de déséquilibre était fonction de la quantité de chaleur dégagée dans une des cellules. Bien plus tard, en 1955, Max MICHEL (2), du laboratoire de Chimie Générale de la Faculté des Sciences de Marseille reprend l'étude d'un tel calorimètre. Il construit un appareil fonctionnant à température ambiante et dont la seule caractéristique connue est la constante de temps : 700 secondes. Il envisage dans cette note la construction d'un dispositif fonctionnant jusqu'à 700°C. Depuis aucun résultat n'a été publié et il semble que cette étude ait été abandonnée.

L'idée de la compensation n'est pas nouvelle non plus puisque le calorimètre à glace de BUNSEN est déjà fondé sur ce principe. En 1923 A. TIAN met au point un microcalorimètre à compensation par effets Peltier et Joule (3). Notre appareil se distingue des précédents en ceci que la compensation se fait uniquement par effet Joule, que celle-ci est automatique et que la détermination de l'enthalpie de la réaction se fait par mesure directe de l'énergie réinjectée (ce qui supprime l'étalonnage).

CHAPITRE I

- Appareillage -

Le dispositif d'analyse thermique différentielle comporte :

- une enceinte chauffante et sa programmation
- le calorimètre
- le système asservi de réinjection
- les circuits de mesure.

Le présent chapitre a pour but de donner les caractéristiques techniques de l'enceinte chauffante et du calorimètre.

I/ L'enceinte chauffante.

Elle comprend (figure 1) comme celle réalisée par M. RICHARD (4) :

a) un mouffle de chauffage A cylindrique réalisé par les Etablissements DANOU (ϕ int = 170 mm, h = 300 mm). Il comporte un bobinage de Kanthal A₁ à double spirallage noyé dans un ciment alumineux. Le double spirallage permet de minimiser au maximum le champ magnétique créé à l'intérieur du mouffle. Le raccordement à la programmation est réalisé au moyen de passages stéatiques B.

b) un écran C : c'est un tube cylindrique concentrique au mouffle, réalisé en Nickral D, de dimensions suivantes : ϕ ext = 150 mm, ϕ int = 140 mm, h = 300 mm. Son rôle est double :

- il réalise un écran thermique supplémentaire homogénéisant la température

- réuni par un fil de $\frac{30}{10}$ de mm (D) au châssis de l'ensemble il joue le rôle important d'un blindage électrostatique du bloc calorimétrique,

c) des dispositifs nécessaires à la programmation

- une sonde thermorésistante (E)
- un thermocouple Chromel-Alumel de sécurité (F)

d) un boîtier de jonction G

La sortie des différents fils se fait sur le côté pour faciliter l'accès au bloc calorimétrique. Elle est réalisée par des tubes capillaires en alumine frittée. On a (Fig.2)

D : le fil de masse

E : les deux fils de sortie de la sonde thermorésistante

F : les deux fils de sortie du thermocouple de sécurité

H et H' : les quatre fils de raccordement des capteurs thermorésistants

I et I' : les quatre fils de raccordement des enroulements de compensation.

De plus pour faire les étalonnages nous avons prévu des sorties supplémentaires :

en J : les deux fils d'une sonde Telec réfractaire $100\ \Omega$ pour injecter dans la cellule laboratoire une puissance connue

en K : les deux fils d'un thermocouple Platine-Platine Rhodié contrôlant la température de la cellule témoin.

e) le calorifugeage I et l'enceinte M

Le calorifugeage est réalisé en briques L I 28 et L I 23 de la Société des Réfractaires de Savoie. Les briques L I 28 sont directement contre le mouffle de chauffage et servent également de support au reste de l'enceinte.

Celle-ci est en tôle de 15/10 de millimètre d'épaisseur vissée sur un cube de cornière. L'ensemble repose sur un châssis roulant.

II/ La programmation.

Celle réalisée par M. RICHARD (4) convenait parfaitement à l'utilisation que nous voulions en faire. La puissance de chauffe est fournie par des thyratrons solides à commande horizontale. Le bloc diagramme en est donné dans la figure 3.

Nous y avons seulement apporté quelques modifications visant à simplifier les circuits électroniques. Ces améliorations portent sur :

a) la synchronisation de la base de temps

La base de temps (figure 4) doit être synchronisée par des tops exactement en phase avec les passages par zéro de la tension secteur. Ceci est obtenu en commandant l'intégrateur de Miller T 2 par des impulsions négatives de grande amplitude (150 V) appliquées sur son suppresseur. Ces impulsions sont fournies par un amplificateur T_1 dont la tension de commande de polarité négative est celle obtenue par redressement double alternance du réseau (figure 5). Ce dispositif sans atteindre la simplicité des montages à transistors unijonctions a des caractéristiques beaucoup plus poussées en ce qui concerne :

- la linéarité de la dent de scie
- la précision pour les faibles angles d'ouverture des thyratrons solides.

Il présente en outre l'avantage de ne pas nécessiter les réglages délicats du dispositif proposé par M. RICHARD,

b) la limitation de l'angle d'ouverture maximum des thyratrons solides. Cette limitation se fait au niveau de l'étage de détection de la tension d'erreur amplifiée. Pour cela nous faisons suivre le filtre de détection d'une diode Zener qui empêche la tension continue de dépasser un certain seuil négatif. La tension continue de commande du trigger de Schmitt (modulateur de phase) ne pourra alors pas excéder une certaine valeur qui correspondra à l'angle d'ouverture maximum des thyratrons. La chaîne Amplificateur d'erreur, Détecteur, Modulateur de phase ainsi réalisée est représentée figure 6. Les points A et A' des figures 4 et 6 se correspondent.

Dispositif annexe : un pyroctron des établissements CORNOL est relié au thermocouple de sécurité et coupe l'alimentation de la programmation en cas de défaillance de cette dernière. De plus cet appareil donne directement la température du four.

Caractéristiques techniques du four programmé

Stabilité du four en régulation $\neq \frac{1}{10}^{\circ}\text{C}$.

Vitesse de montée en température : de 0 à 100°C/heure

Vitesse de descente limitée par la constante de temps du four qui vaut : 2 heures 30. On ne peut en effet programmer une descente plus rapide que celle obtenue en laissant le four refroidir de lui-même.

III/ Le calorimètre

Celui-ci comporte deux cellules identiques, le bloc d'analyse et un écran thermique.

a) les cellules (figure 7)

Elles sont constituées par un tube en alumine fritté dont les dimensions sont : l = 80 mm, ϕ int = 10,5 mm, ϕ ext = 11,5 mm. Les enroulements réalisés en fil de platine de 10/100 sont soudés aux fils de sortie, eux-mêmes en platine de 30/100. Ces derniers sont maintenus en place par passage en quinconce à travers trois perles (l = 10 mm, ϕ int = 0,5 mm) préalablement soudées sur le tube au moyen d'un ciment alumineux porté pendant une heure à 1200°C.

Pour obtenir une distance constante entre chaque fil nous avons bobiné simultanément six fils jointifs et, une fois les opérations de fixation terminées, nous avons débobiné trois d'entre eux afin que les trois restant soient bien isolés les uns des autres. La distance qui sépare alors deux fils consécutifs est très faible et égale au diamètre du fil. Puis on noie ces enroulements dans une mince couche de ciment alumineux qui prend comme précédemment après traitement thermique.

L'un des enroulements servira pour la réinjection. Les deux autres sont soudés entre eux à l'une des extrémités de la cellule de façon à rendre le capteur thermorésistant dénué de self-induction. Cette disposition évite en particulier les f.e.m. parasites dues à la programmation du four.

Ainsi réalisés, le capteur thermorésistant et la résistance de réinjection sont extrêmement proches et par suite la constante de temps thermique entre les deux enroulements est assez faible (de l'ordre de 80 secondes). D'autre part le capteur thermorésistant entoure complètement et régulièrement la cellule : cette disposition donne donc une très bonne intégration du flux thermique traversant les cellules. On remarquera cependant que des fuites peuvent avoir lieu par les extrémités mais l'expérience montre (chapitre V) qu'elles sont compensées par les mêmes pertes de l'énergie réinjectée.

A température ambiante on ne décèle aucun couplage entre les deux enroulements de détection et de réinjection, mais au delà de 250°C un couplage capacitif important apparaît et des capacités parasites du même ordre de grandeur se manifestent : de 50 pF à température ambiante, la capacité parasite de chaque cellule passe à 1000 pF à 250°C, 10 nF à 350°C, 100 nF à 500°C, 500 nF à 600°C. Ces capacités parasites ne sont malheureusement pas suffisamment identiques pour que l'équilibre du pont détecteur alimenté en alternatif se maintienne. Deux solutions semblent également possibles :

- utiliser les capteurs thermorésistants en courant continu comme cela est réalisé dans notre calorimètre

- augmenter les pas des enroulements : en portant la distance entre deux spires à 0,3 mm, nous avons réalisé des cellules dont la capacité parasite dans la gamme de températures précédente restait négligeable (5), mais ces cellules ne comportant pas d'enroulement de réinjection le problème de l'encombrement était alors moins crucial.

Les cellules utilisées dans notre calorimètre présentent à température ambiante (25°C) les résistances suivantes :

- enroulements de réinjection : 33,3 Ω et 33,5 Ω
- enroulements détecteurs : 65 Ω et 65,5 Ω

A la température de 600°C la capacité parasite provoque un déphasage entre la tension et le courant de réinjection ($f = 270$ Hz). On a $\tan \varphi = R C \omega = 0,2$. Cette valeur est encore compatible avec un $\cos \varphi$ acceptable.

b) le bloc d'analyse (figure 8)

Il a été réalisé en acier réfractaire NS 30 et comporte trois parties : le corps, le socle et le chapeau.

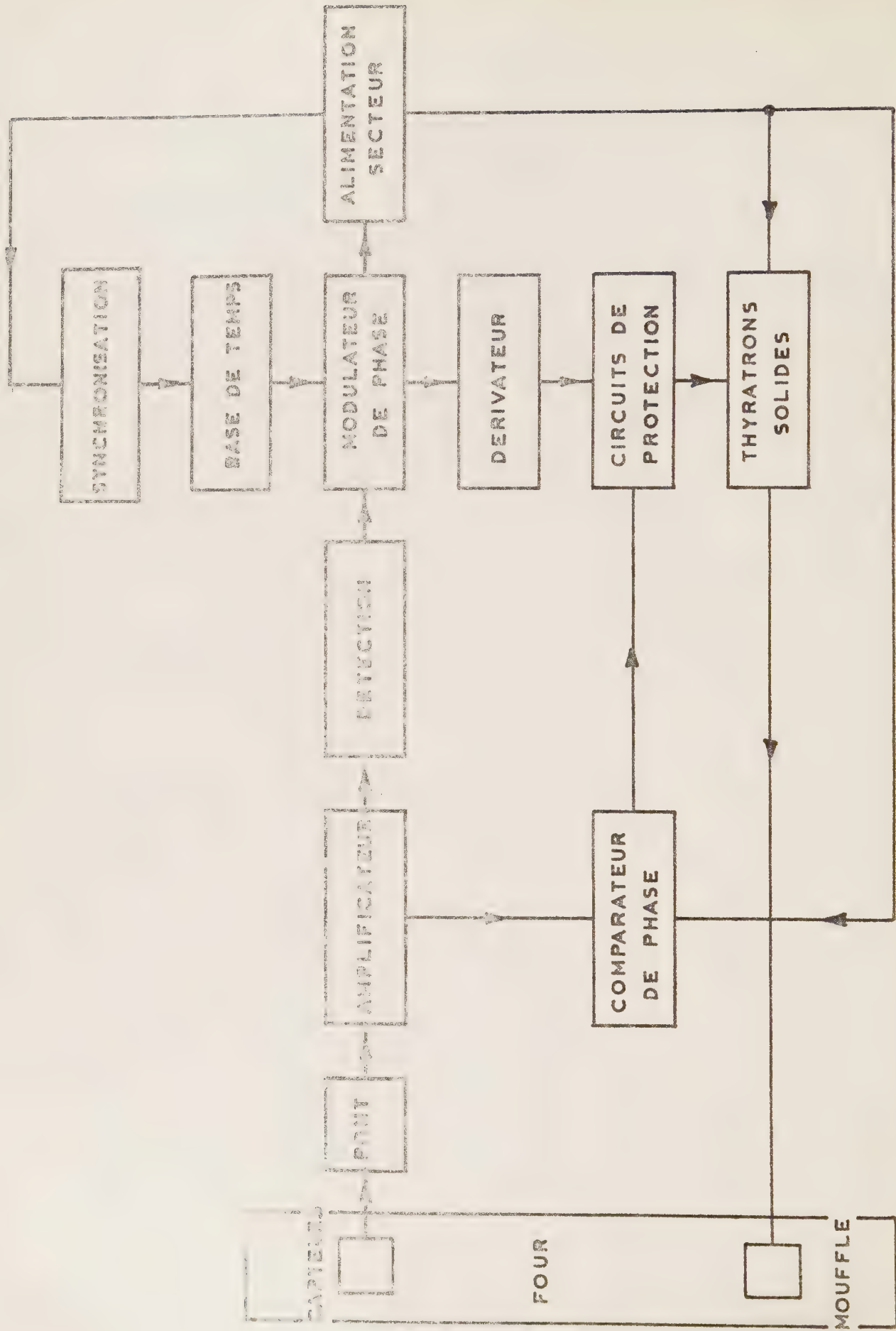
Le corps est un cylindre de dimensions : ϕ ext = 57 mm, h = 82 mm. Il comporte deux épaulements pour ajustage avec le socle et le chapeau. Il est percé de deux cavités cylindriques (ϕ = 20 mm) à l'intérieur desquelles sont placées les cellules. Ces cavités sont situées le plus près possible de l'axe du cylindre par rapport auquel elles sont symétriques. Les cellules sont maintenues en place au moyen de rondelles entaillées de manière à permettre le dégagement des fils de jonction. Un trou (ϕ = 3 mm) est percé dans le corps parallèlement à l'axe du cylindre permettant de rassembler tous les fils de jonction et de ne les sortir du bloc que par un seul orifice.

Le socle et le chapeau : de même forme, ils ne diffèrent que par des orifices percés dans le second et donnant accès aux cellules. Deux couvercles obturent les orifices.

c) l'écran

Constitué d'un cylindre de même matériau que le corps, d'épaisseur e = 7 mm, h = 132 mm, il est en contact avec le socle et le chapeau par l'intermédiaire de deux épaulements. Il assure une uniformisation de la température du bloc d'analyse.

L'écran et le bloc d'analyse sont reliés à la terre par le même fil D relié à l'écran du four. Tous les fils de sortie sont blindés par des tubes de Nickel reliés à la terre.



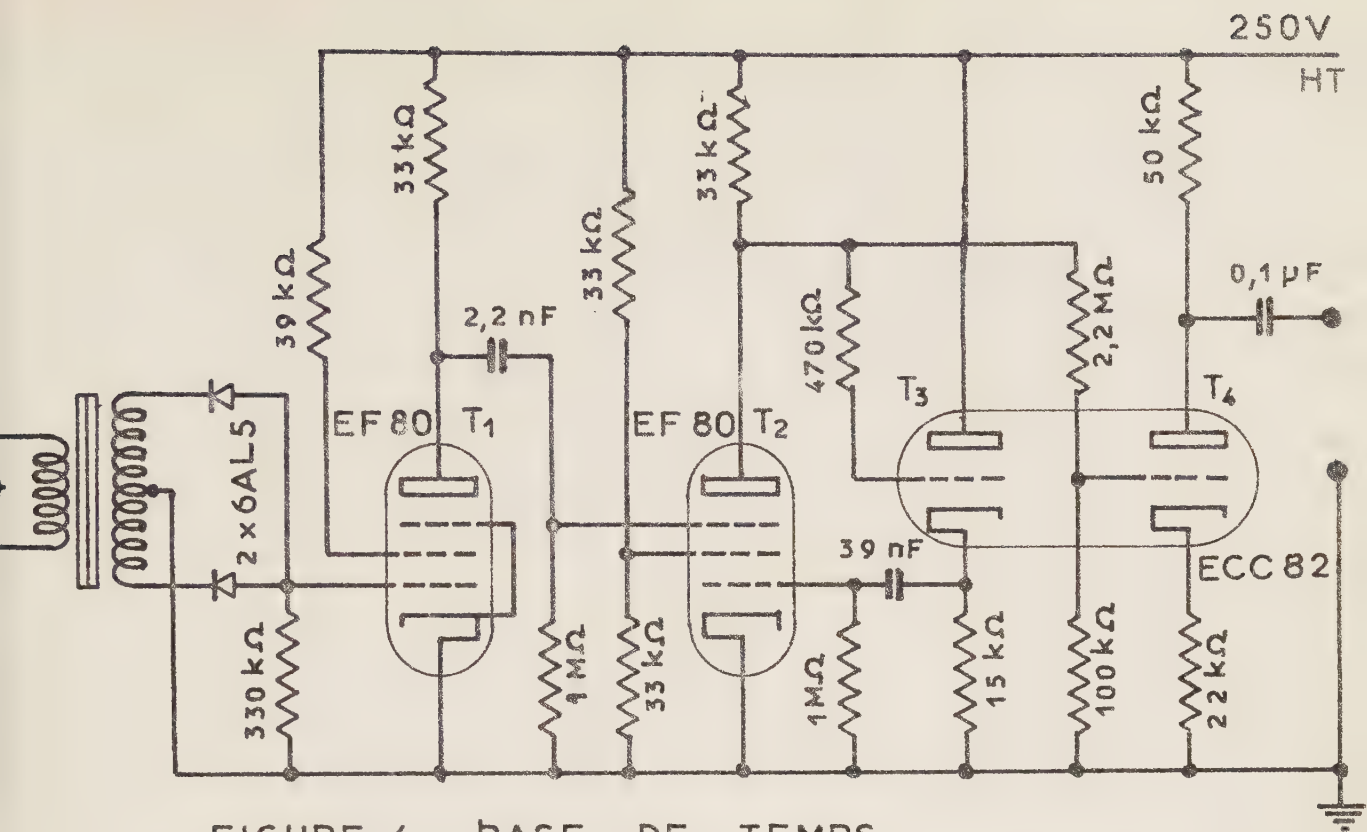


FIGURE 4 BASE DE TEMPS

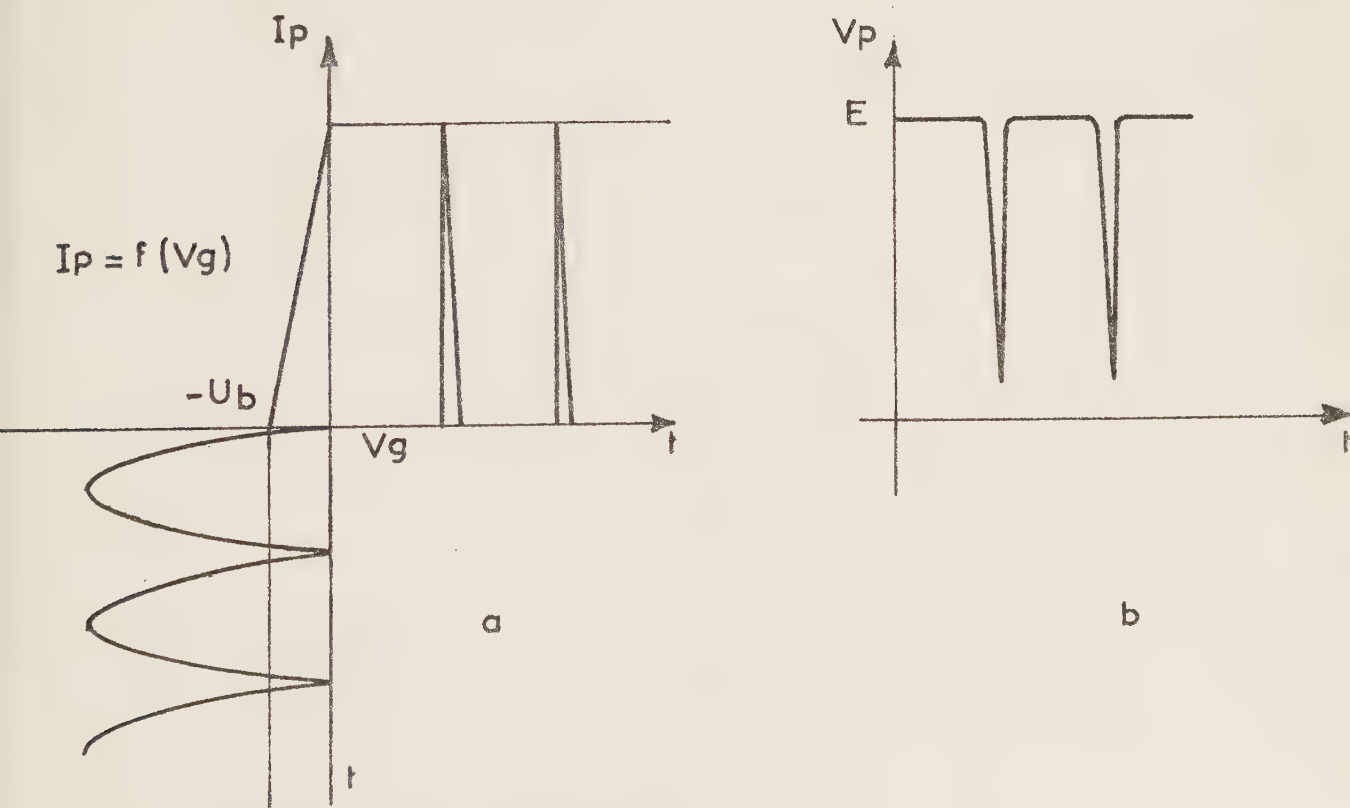


FIGURE 5 FONCTIONNEMENT DU DISPOSITIF DE SYNCHRONISATION

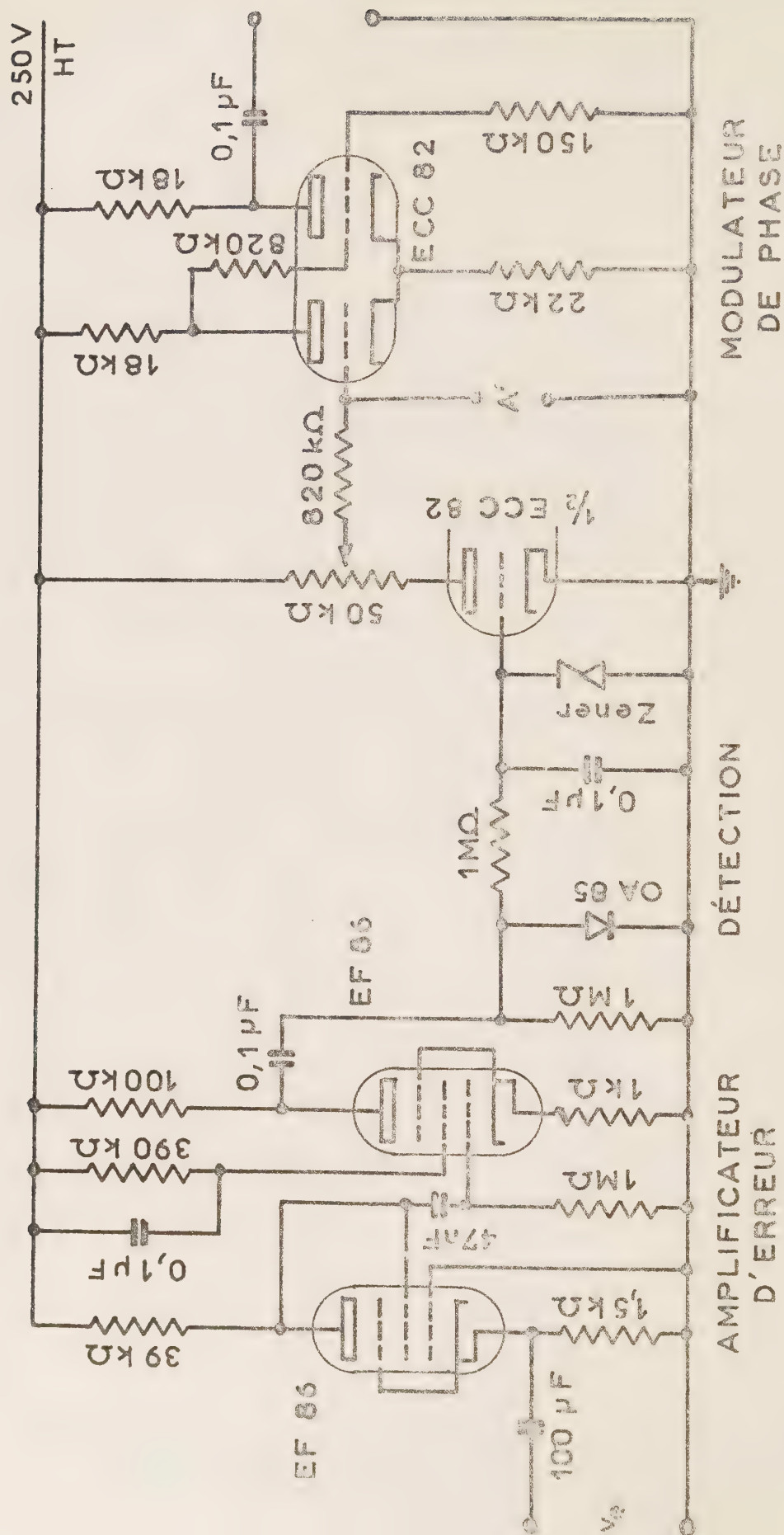
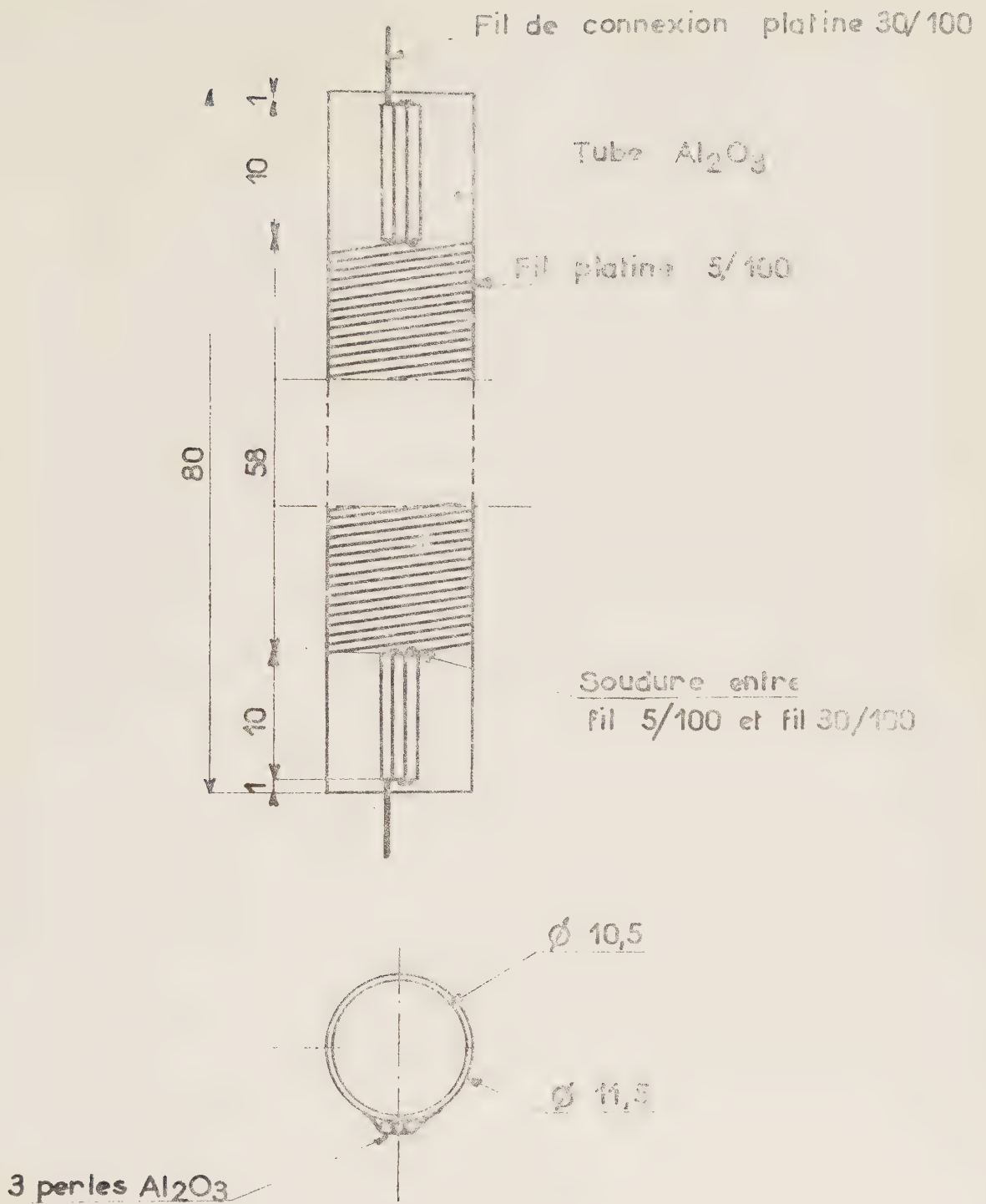
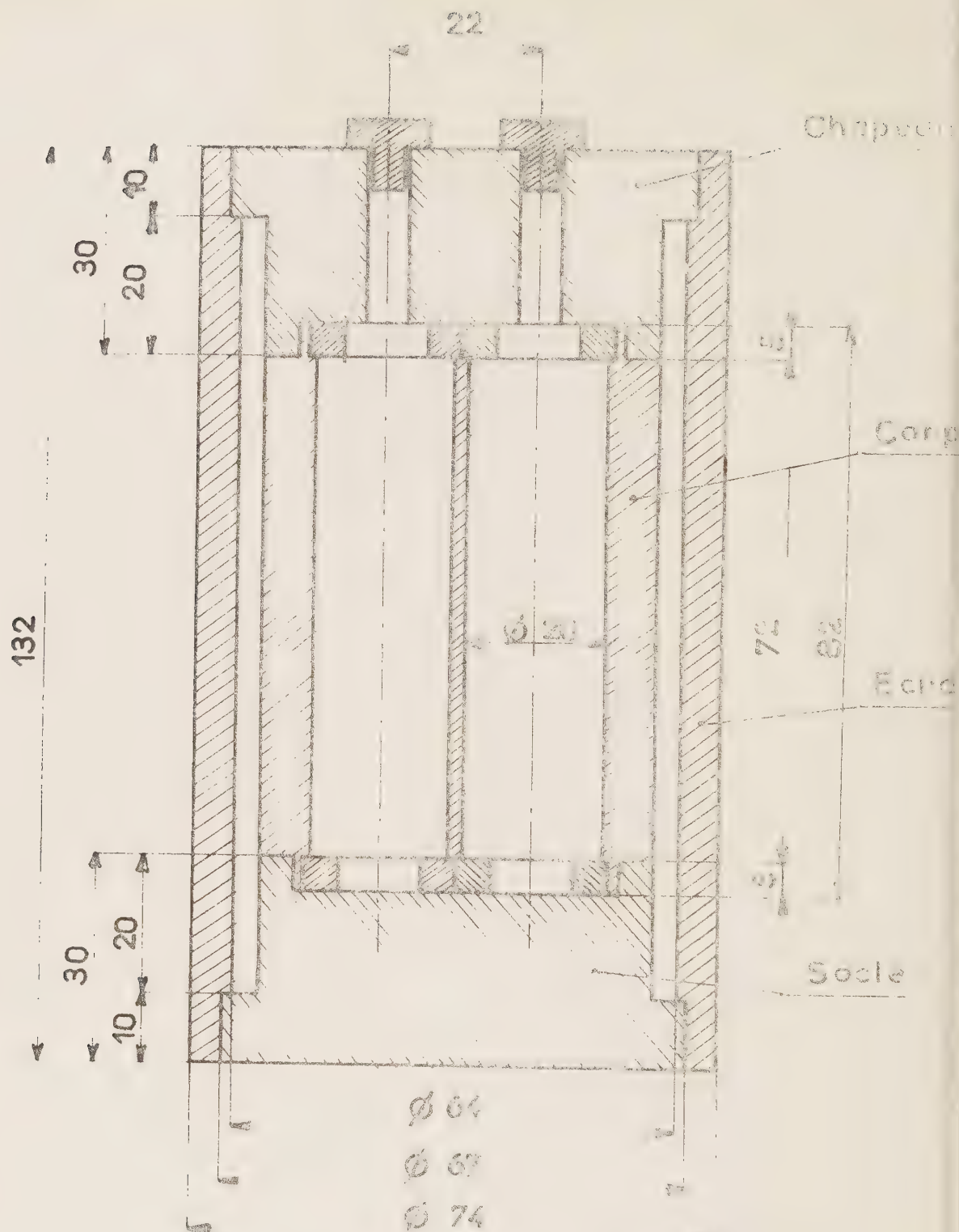


FIGURE 6



Détail d'un tube cellule

Fig. 7



Bloc calorimétrique

Fig. 1

CHAPITRE II

- Le détecteur -

La plupart des dispositifs de microanalyse thermique différentielle utilisent des détecteurs à thermocouples (4) (6) (7) (8) ; ceux-ci présentent des inconvénients dûs en particulier :

- à leur construction mécanique compliquée
- aux fluctuations aléatoires de la f.e.m. détectée résultant de mauvais contacts thermiques entre les soudures et les cellules ou le bloc calorimétrique. Ces fluctuations empêchent d'utiliser en montée de température la sensibilité maximum théorique calculée (9).

Nous avons pensé supprimer ces inconvénients en utilisant les capteurs thermorésistants précédemment décrits. Ceux-ci sont montés dans un pont de Wheatstone (figure 9) alimenté par la f.e.m. continue ou alternative E en série avec une résistance ρ . Le détecteur est un volt-mètre de résistance interne g. L'équilibre est réalisé au moyen de deux résistances auxiliaires dont la valeur sera précisée plus loin et d'un potentiomètre hélicoïdal 10 tours.

Choix du montage.

L'équilibre est réalisé

- 1°/ soit à température ambiante quand on veut faire des mesures de chaleur latente de transformation en montée de température,
- 2°/ soit à une température fixe quand on veut faire des mesures en isotherme.

Le courant dans le détecteur vaut alors :

$$i = \frac{E (R_1 R_4 - R_2 R_3)}{R_1 R_2 R_3 R_4 \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} + \frac{1}{R_3} + \frac{1}{R_4} \right) + \rho (R_1 + R_2)(R_3 + R_4) + g(R_1 + R_3)(R_2 + R_4) + \rho g(R_1 + R_2 + R_3 + R_4)}$$

.../...

Si Δt est le déséquilibre de température entre les deux cellules et si t est la température du calorimètre, les résistances du pont vaudront respectivement :

$$r = r_0 (1 + \alpha t + \alpha \Delta t) \text{ pour la cellule laboratoire}$$

$$r' = r_0 (1 + \alpha t) \text{ pour la cellule témoin}$$

et R pour chacune des deux résistances d'équilibrage.

Nous voulons obtenir un courant i proportionnel à Δt et indépendant de t : deux solutions semblent également possibles (figure 10) le courant i précédent étant de la forme $\frac{N}{D}$. Ces deux solutions correspondent au même numérateur $N = E R (r - r')$ = $E R r_0 \alpha \Delta t$ mais les dénominateurs sont différents :

$$D_a = 2 R r r' + R^2 (r+r') + 2 \rho R(r+r') + g (R+r')(R+r) + \rho g (2R+r+r')$$

$$D_b = 2 R r r' + R^2 (r+r') + \rho (R+r')(R+r) + 2gR (r+r') + \rho g (2R+r+r').$$

On voit que la différence $r - r'$ n'intervient jamais au dénominateur et comme $\alpha \Delta t$ reste toujours très petit devant 1 on pourra remplacer r' par r pour trouver les variations de D avec t . Dans ces conditions

$$D_a = 2 r R (R+r) + 4 \rho Rr + g (R+r)^2 + 2 \rho g (R+r)$$

$$D_b = 2 r R (R+r) + \rho (R+r)^2 + 4 gRr + 2 \rho g (R+r)$$

On voit que dans les deux cas l'indépendance du dénominateur par rapport à t sera réalisée avec les conditions suivantes :

$$1^\circ / r_{\max} \ll R, \text{ dans ce cas : } D_a = R (2r+g) (R+2\rho)$$

$$D_b = R (2r+\rho)(R+2g)$$

2°/ Suivant les valeurs relatives de r , g et ρ :

si $g \gg 2r_{\max}$ il faut adopter la solution a

si $\rho \gg 2r_{\max}$ il faut adopter la solution b.

Choix de la f.e.m. d'alimentation.

L'expérience montre que pour obtenir un système asservi stable il faut que les courants détecteurs et de compensation soient de nature différente. En effet nous avons essayé de faire la détection et réinjection en courant continu mais le système asservi pompait énergiquement du fait du couplage électrique entre les deux enroulements de chaque cellule.

Pour éclaircir la nature du phénomène nous avons appliqué un échelon de tension à l'enroulement de réinjection et nous avons constaté que le capteur correspondant était le siège d'une f.e.m d'allure exponentielle révélant la présence d'un couplage capacitif entre les deux enroulements.

Nous avons déjà abordé ce sujet mais il ne semble pas que la réduction de la capacité parasite puisse être suffisante pour faire disparaître complètement le phénomène car la valeur initiale de la tension de sortie est indépendante de C : seule la constante de temps, donc la durée du top parasite, est modifiée (figure II).

Nous avons ensuite réalisé un autre montage dans lequel le détecteur fonctionnait en alternatif et la réinjection en courant continu. Cet appareil fonctionnait bien en dessous de 250°C, température au dessus de laquelle les variations extrêmement rapides des capacités parasites des capteurs, entraînaient des variations aléatoires du zéro du détecteur en montée de température et par suite des variations similaires de l'énergie réinjectée.

Nous présentons donc ici l'appareil avec détecteur continu et réinjection alternative mais nous pensons reprendre plus tard notre premier système avec des cellules de faibles capacités réparties.

Variation de la sensibilité avec la température.

La détection ayant lieu en continu, le détecteur est un galvanomètre d'impédance g relativement faible (1000Ω). La résistance des capteurs à 500°C étant d'environ 100Ω on ne peut pas adopter la solution a qui entraînerait une trop grande variation de la sensibilité du détecteur en fonction de la température. Le pont adopté est donc le suivant (figure 12) avec :

$$\rho = R = 10 \text{ K}\Omega$$

$$g = 1 \text{ K}\Omega$$

$$r_0 = 33 \Omega$$

$$E = 150 \text{ volts}$$

$$\alpha = 4 \cdot 10^{-3}$$

Pour connaître la variation de la sensibilité avec t reprenons le calcul du dénominateur avant d'avoir effectué la simplification résultant de la condition $r_{\max} \ll R$

$$D = r^2(2R + \rho) + 2r(R + \rho)(R + 2g) + \rho R(R + 2g)$$

De plus $R = \rho$

et $r = r_0 (1 + \alpha t)$

$$i = \frac{E r_0 \alpha \Delta t}{3r^2 + 4r(R + 2g) + R(R + 2g)} = \frac{k \Delta t}{at^2 + bt + c}$$

avec $k = E r_0 \alpha \neq 20$

$$a = 3 r_0^2 \alpha^2 \neq 5 \cdot 10^{-3}$$

$$b = 6 r_0^2 \alpha + 4 r_0 \alpha (R + 2g) \neq 6250$$

$$c = 3 r_0^2 + 4 r_0 (R + 2g) + R(R + 2g) \neq 120 \cdot 10^6$$

à 500°C le terme $at^2 = 1250$

$$bt = 3,12 \cdot 10^6$$

$$c = 120 \cdot 10^6$$

la variation de σ avec la température est donc inférieure à 3 % et seul le terme du premier degré intervient. On peut donc écrire pour $t \ll 500^\circ\text{C}$

$$i = \sigma_0 (1 - \beta t) \Delta t$$

avec $\sigma_0 = \frac{k}{c} = 167 \cdot 10^{-9}$

$$\beta = \frac{b}{c} = 52 \cdot 10^{-6}$$

Pouvoir de résolution.

Dans ce paragraphe nous cherchons à déterminer le plus petit écart de température Δt décelable pour le détecteur et la puissance correspondante mise en jeu dans la cellule laboratoire. Le galvanomètre utilisé dévie de 250 mm pour un courant de 2,5 μA .

Le potentiomètre retransmetteur dont le curseur (extrêmement mince) suit le spot à environ 10 spires au millimètre. Le curseur se déplace donc d'une spire pour un courant détecteur $\Delta i = 10^{-9}$ A.

L'écart de température des deux capteurs est alors :

$$\Delta t = \frac{\Delta i}{\sigma_0} = \frac{10^{-9}}{167 \cdot 10^{-9}} = 6 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}.$$

Pour connaître la puissance correspondante nous envoyons dans l'enroulement de réinjection une puissance connue et nous déterminons la conductance thermique C entre l'une des cellules et le bloc en mesurant son élévation de température par l'intermédiaire du déséquilibre enregistré. Celle-ci est :

$$C = 53 \text{ mW}/^\circ\text{C}$$

Nous en déduisons le plus petit ΔP décelable par le détecteur

$$\Delta P = C \Delta t = \frac{53}{167} = 0,32 \text{ mW}$$

En réalité si on veut une précision de 5 % il faut que la déviation corresponde au moins à 20 spires du potentiomètre soit une puissance instantanée supérieure à 6 mW environ.

Puissance dissipée dans les enroulements détecteurs par la f.e.m. d'alimentation du pont.

La tension d'alimentation du pont étant de 150 V et la résistance série étant de 10 K Ω on peut admettre en première approximation que le courant permanent traversant les capteurs est de 15 mA.

La puissance dissipée dans chaque capteur est donc à température ambiante (25°C) $P = R I^2 = 33 \cdot 15^2 \cdot 10^{-6} = 7,5 \text{ mW}$

ce qui représente une élévation permanente de leur température de :

$$t = \frac{7,5}{53} = 0,14^\circ\text{C}$$

les cellules étant identiques à 1 % près l'écart permanent de température entre les deux cellules est inférieur à $1,4 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}$; ce qui est tout à fait négligeable et d'ailleurs inférieur à l'écart minimum décelable par le détecteur.

.../...

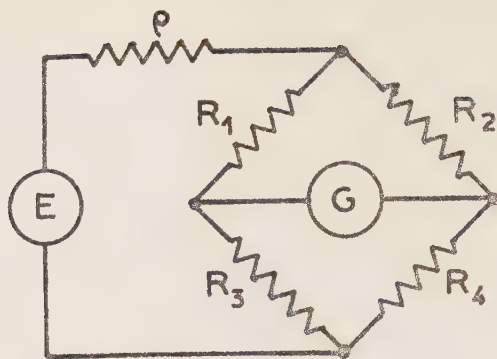


FIGURE 9

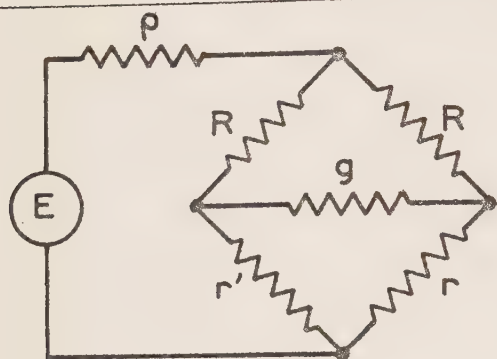


FIGURE 10 a

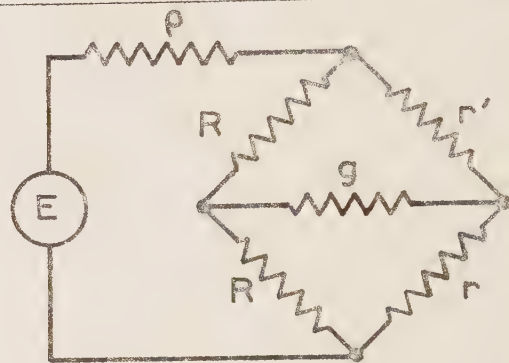


FIGURE 10 b

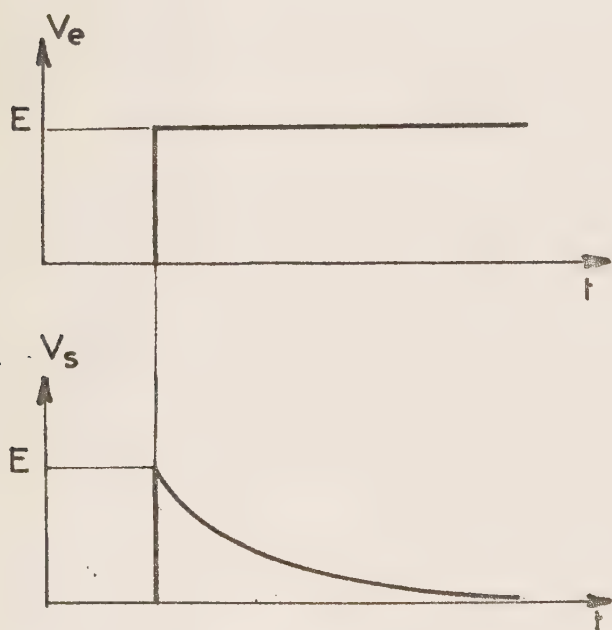


FIGURE 11 a

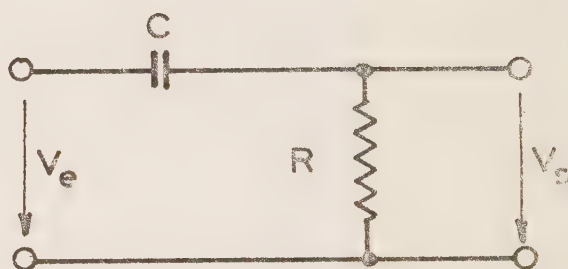


FIGURE 11 b

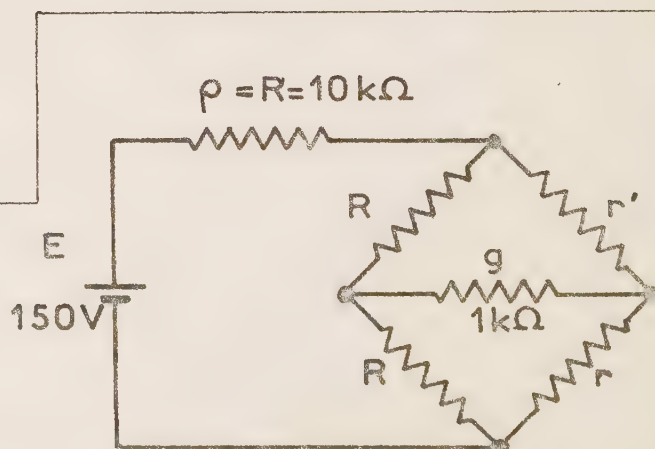


FIGURE 12

CHAPITRE III

- Dispositif de réinjection -

I/ Bloc diagramme du dispositif (figure 13).

Il est constitué par le pont détecteur précédemment étudié. Le galvanomètre G est un verispot SEFRAM utilisé sur le calibre 2,5 mV ($g = 1000 \Omega$). Celui-ci est couplé optiquement à un enregistreur SEFRAM suiveur de spot à deux voies type P H 2 D. La voie de gauche utilisée a une course de 43 mm et le chariot mobile entraîne le curseur d'un potentiomètre retransmetteur à point milieu dont la résistance totale est de 5920Ω . Ce potentiomètre est alimenté par un générateur alternatif à sorties symétriques de fréquence constante 270 Hz. La tension alternative qui apparaît entre curseur et point milieu de potentiomètre (masse) est donc proportionnelle au déséquilibre du pont et se trouve soit en phase, soit en opposition de phase avec une tension de référence prélevée sur l'une des sorties du générateur B.F suivant le signe de ce déséquilibre.

On réalise par ce procédé une amplification considérable de la tension d'erreur et sa conversion en tension alternative utilisable après amplification de puissance pour la réinjection. Le gain de cet étage en V_{eff}/V continu détecté est de 25.000 environ pour une tension d'alimentation du potentiomètre retransmetteur de 5 V_{eff}. Le bruit de fond ramené à l'entrée est inférieur à $2 \mu V$.

La compensation se fait en réinjectant dans les enroulements précédemment décrits la tension alternative d'erreur amplifiée par un amplificateur de puissance. Un indicateur de voie aiguille cette réinjection dans la cellule convenable.

La mesure enthalpique se fait par l'intermédiaire d'un wattmètre qui enregistre sur la seconde voie de l'enregistreur SEFRAM la puissance instantanée de réinjection ; l'énergie s'obtient par intégration de la courbe obtenue.

II/ Le générateur 270 Hz (figure 14).

C'est un oscillateur à réseau déphaseur R.C. à quatre cellules (10). La fréquence pour laquelle le déphasage est de π est donnée par la formule $f = 0,133/RC$. Nous avons donc choisi $R = 500 \text{ K}\Omega$ et $C = 1000 \text{ pF}$. Cet oscillateur présente quelques avantages par rapport à ceux de trois cellules seulement :

- meilleure stabilité en fréquence
- gain de l'amplificateur associé 19,4 au lieu de 29.

Nous avons amélioré la stabilité en amplitude en polarisant le tube oscillateur avec une tension détectée proportionnelle à l'amplitude du signal de sortie. Le signal fourni par l'oscillateur est déphasé par un déphaseur cathodyne qui malgré ses faibles performances est tout à fait à sa place dans ce montage ; en effet, il travaille

- à fréquence constante 270 Hz
- à amplitude constante et faible : quelques volts
- avec une charge qui peut être considérée comme infinie: l'impédance d'entrée des cathodes follower de sortie.

Ceux-ci sont nécessaires étant donné la faible valeur ohmique du potentiomètre retransmetteur. Chaque sortie est en effet chargée par 2960Ω . Il faut donc une impédance de sortie nettement inférieure à cette valeur.

Les caractéristiques du générateur ainsi réalisé sont :

- Impédance de sortie de chaque voie : 500Ω
- Dissymétrie des amplitudes de sortie $< 1 \%$
- Stabilité en amplitude $\pm 0,2$ volt pour $V_s = 5 \text{ Veff}$
- Stabilité en fréquence $\pm 5 \text{ Hz}$.

III/ Amplificateur de compensation (figure 15)

Etant donné les caractéristiques imposées : puissance de sortie variant de quelques milliwatts en analyse thermique à quelques watts en calorimétrie balistique, il nous fallait réaliser un amplificateur relativement puissant ayant un faible bruit de fond.

L'étage de puissance est constitué par deux push pulls d'EL84 travaillant en classe A B 1. Les entrées des deux push pulls sont placées en parallèle et les sorties en série. Un commutateur K_1 permet de mettre hors service l'un des deux lorsque l'on n'a besoin que d'une faible puissance. Cet étage est précédé d'un étage déphaseur et d'un étage amplificateur de tension avec réglage du gain. Etant donné le faible gain en tension et la faible bande passante dont nous avons besoin, nous n'avons pas jugé nécessaire d'introduire une contre-réaction.

Nous remarquerons que la puissance de sortie V_s^2 / R_c est proportionnelle au carré de l'amplitude du signal d'entrée. Nous verrons au chapitre IV quelles sont les incidences de cette remarque sur l'étude de l'asservissement et comment nous avons obtenu une puissance de sortie proportionnelle à l'amplitude du signal d'erreur. La solution adoptée introduit un fort taux d'harmonique dans le signal d'attaque de cet amplificateur mais d'autre part le wattmètre utilisé ne monte pas très haut en fréquence. Nous avons donc volontairement réduit la bande passante de cet amplificateur à 1500 Hz environ en plaçant en parallèle sur la résistance de plaque de l'amplificateur de tension une capacité de 4700 pF.

Les remarques précédentes et la nécessité de fonctionner à une fréquence relativement grande devant celle du secteur et différente de celles de ses harmoniques (pour éviter les phénomènes de battements) justifient le choix de la fréquence fondamentale de 270 Hz.

Les caractéristiques techniques de l'amplificateur de puissance sont :

Puissance maximum : 16 watts

Bande passante minimum : 40 Hz à 15 KHz (figure 16)

Gain en tension maximum pour un seul push pull débitant sur charge adaptée (50Ω) = 8,5

Puissance de bruit à la sortie ($8mV$) = $13 \mu W$

Nomenclature de la figure 15

P_1 réglage du gain en tension

K_1 marche arrêt du deuxième push pull

K_2 impédance de sortie : position 1 : 16Ω ou 50Ω
position 2 : 32Ω ou 100Ω

K_3 commutateur mesure-étalonnage
R relais actionné par l'indicateur de voie
 C_1 cellule laboratoire
 C_2 cellule témoin
 L_1 et L_2 lampe de contrôle de la position du relais
I et J bornes pour ampèremètre et circuit de courant
du wattmètre
V et U bornes pour voltmètre électronique et circuit
de tension du wattmètre.

IV/ L'indicateur de voie (figure 17)

Cet organe doit actionner un relais qui permet d'aiguiller la puissance réinjectée soit dans l'enroulement de compensation de la cellule laboratoire soit dans celui de la cellule témoin suivant le signe du déséquilibre du pont.

Nous avons vu que le changement de signe de ce déséquilibre se traduisait par un déphasage de 180° du signal d'erreur à 270 Hz. Il faut donc détecter si le signal d'erreur est en phase ou en opposition de phase avec un signal de référence quelle que soit l'amplitude de ce signal d'erreur. En réalité le résultat obtenu est nécessairement fonction de l'amplitude de l'erreur et étant donné l'hystérésis du relais, le passage dans chaque sens ne se fera pas pour la même valeur de l'erreur. Par exemple le relais passera de la position I à la position 2 quand le signal d'erreur sera en phase avec la référence et franchira le seuil e_1 ; et il passera de la position 2 à la position I quand le signal d'erreur sera en opposition de phase avec la référence et franchira le seuil e_2 .

Il est facile de voir que l'indicateur de voie sera d'autant meilleur que e_1 sera plus voisin de e_2 et que la somme $e_1 + e_2$ sera plus faible. Cette somme caractérise d'ailleurs la sensibilité de l'indicateur mais n'a de fait qu'une valeur relative.

En appelant $e_{\max}$, la valeur maximum de la tension d'erreur à 270 Hz (le curseur du potentiomètre retransmetteur étant à l'une des extrémités) nous caractériserons les performances de l'appareil par la sensibilité

absolue :
$$\sigma = \frac{e_1 + e_2}{2 e_{\max}}$$

a) Etage porte (figure 18)

C'est un détecteur parallèle constitué par la triode T_1 , la résistance R et la capacité C . La tension V_R (issue de la tension de référence) n'est alors détectée que si la tension V_e (issue du signal d'erreur) est en phase avec la précédente.

1) Dans ce cas elle donne naissance aux bornes de R à une tension V_1 non filtrée de valeur moyenne négative. Le filtre $R_3 R_4 C$ supprime une partie de l'ondulation et la tension de sortie V_2 a donc

une valeur moyenne $= -\eta_2$ a qui dépend de η_1 , de a et du rapport $\frac{R_4}{R_3}$.

Nous verrons au paragraphe suivant comment en agissant sur ce rapport on donne à η_2 la valeur requise pour un bon fonctionnement de l'étage suivant.

2) Si les tensions V_R et V_e sont en opposition de phase, le tube T_1 reste toujours bloqué et la tension de sortie V_2 est nulle.

3) En réalité la tension V_2 passe progressivement de la valeur zéro à la valeur $-\eta_2$ a quand V_e change de signe et passe en particu-

lier par la valeur $-\frac{\eta_2 a}{2}$ quand $V_e = -e$ (figure 19). Comme nous cherchons à transformer la variation de phase en une variation d'amplitude il serait souhaitable que la valeur $-\frac{\eta_2 a}{2}$ soit atteinte pour $V_e = 0$. On y arrive très facilement en ajoutant à la tension d'erreur réelle V'_e une tension constante $-e$ qu'on obtient en prélevant une fraction de la tension symétrique de la référence. Cette addition est réalisée au niveau du deuxième étage amplificateur de la tension d'erreur (entrée E_4).

b) Amplificateur à courant continu et Relais (figure 20)

La tension V_2 obtenue précédemment est amplifiée par un amplificateur à courant continu chargé par la bobine excitatrice du relais. Si V_M et V_m sont les tensions de collage et de décollage du relais il faut que pour $V_e = 0$, on ait aux bornes

du relais la tension $\frac{V_M + V_m}{2}$. Ceci conduit à adopter une valeur de η_2 telle que $-\eta_2 a$, corresponde à peu près au cut off du tube amplificateur et un gain $-G$ tel que $G \eta_2 a = V_M + V_m$.

c) Etages amplificateurs alimentant l'étage porte.

Ce sont deux amplificateurs saturés montés avec des doubles triodes ECC 82. La seule difficulté consiste à choisir correctement les valeurs des éléments de telle façon que la saturation n'entraîne pas une variation du rapport cyclique des signaux de sortie.

Pour l'amplification de la tension d'erreur nous avons fait précéder l'amplificateur saturé de deux étages amplificateurs de gain 100 environ.

Les étages saturés à triode ayant un gain de 10 chacun, le signal de référence est amplifié par 100 et celui d'erreur par 10^6 . La tension de référence, étant de 5 volts à l'entrée, serait donc de 500 volts à la sortie s'il n'y avait pas saturation. En fait le niveau de sortie est de 70 volts environ. De même la saturation de la tension d'erreur intervient dès que le niveau d'erreur à l'entrée dépasse $70 \mu V$. En pratique il n'est pas nécessaire que celle-ci soit saturée pour provoquer le basculement. Un niveau d'entrée de $10 \mu V$ s'avère suffisant. Ceci donne une sensibilité absolue du dispositif électronique de $2 \cdot 10^{-6}$. A l'heure actuelle cette sensibilité est surabondante si on considère que le potentiomètre retransmetteur a environ 500 spires et que de ce fait, la tension d'erreur passe brusquement de $-10 mV$ à $+10 mV$ quand le curseur franchit la spire reliée à la masse mais il n'est pas interdit de penser que nous pourrions plus tard nous affranchir de cette limitation technologique en

remplaçant l'amplification optique par un système électronique plus facile à utiliser et moins encombrant : l'indicateur utilisé restera donc utilisable quel que soit le mode d'amplification adopté.

V/ Le wattmètre enregistreur et les circuits de mesure.

Le wattmètre utilisé est fabriqué par la société SIEMENS type L 25 Z 1 199. Ses caractéristiques techniques sont les suivantes :

Classe 0,5 pour $10 < f < 1500$ Hz quel que soit le $\cos \varphi$

Calibre de courant 25 mA (5 Ω , 4 mH)

50 mA (1,2 Ω , 1 mH)

Calibre de tension 180 V (6000 Ω)

90 V (3000 Ω)

30 V (1000 Ω)

Etant donné que notre charge varie de 30 Ω à 100 Ω dans la gamme de température du calorimètre, l'erreur d'insertion d'un tel appareil était trop grande. D'autre part la puissance maximum : 16 watts, dans une charge de 50 Ω provoque un courant de 570 mA alors qu'une puissance de l'ordre de 10 mW ne produit qu'une tension de 0,7 volt efficace. Il était donc nécessaire d'amplifier la tension réinjectée avant d'attaquer le circuit de tension du wattmètre dans le cas des faibles puissances, et de shunter les calibres de courant dans le cas des fortes réinjections. L'amplificateur réalisé (figure 21 a) possède une impédance d'entrée de 170 K Ω : celle-ci peut être considérée comme infinie vis à vis des 100 Ω maximum de la charge et l'erreur d'insertion est donc quasi nulle. Un commutateur permet de réaliser les calibres de tension suivants (3, 6, 12 et 24 V). L'étage adaptateur d'impédance débite alors sur le calibre 180 V du wattmètre. De même les shunts (figure 21 b) nous ont permis de réaliser les calibres de courant suivant 25, 50, 100, 200 et 400 mA. Lors de l'utilisation il s'avère que l'on est obligé de surcharger un peu les calibres de courant du wattmètre et éventuellement de faire passer un courant double de la valeur nominale du calibre correspondant.

En fait aucune erreur appréciable n'a été relevée dans ces manipulations et aucune détérioration n'est intervenue depuis deux ans d'emploi régulier.

Les circuits de mesure sont figurés à la sortie de l'amplificateur de puissance (figure 15). L'intersection d'un milliampèremètre Métrix (modèle 477) de résistance $3,2\Omega$ pour le calibre 500 mA, $9,7\Omega$ pour le calibre 160 mA et 30Ω pour le calibre 50 mA, et du circuit de courant du wattmètre de résistance maximum 5Ω pour le calibre 25 mA est faite en amont du point où l'on prélève la tension qui apparaît aux bornes de la charge. Ce montage élimine les erreurs d'insertion de ces appareils. La mesure de la tension apparaissant aux bornes de la charge est pratiquée au moyen d'un millivoltmètre PHILIPS d'impédance d'entrée supérieure à $4\text{ M}\Omega$; ce circuit n'introduit donc pas d'erreur.

La sensibilité maximum obtenue avec ces circuits est de $1,2\text{ mW/mm}$ (cf : chapitre V). La précision et la reproductibilité sont meilleures que 5 %.

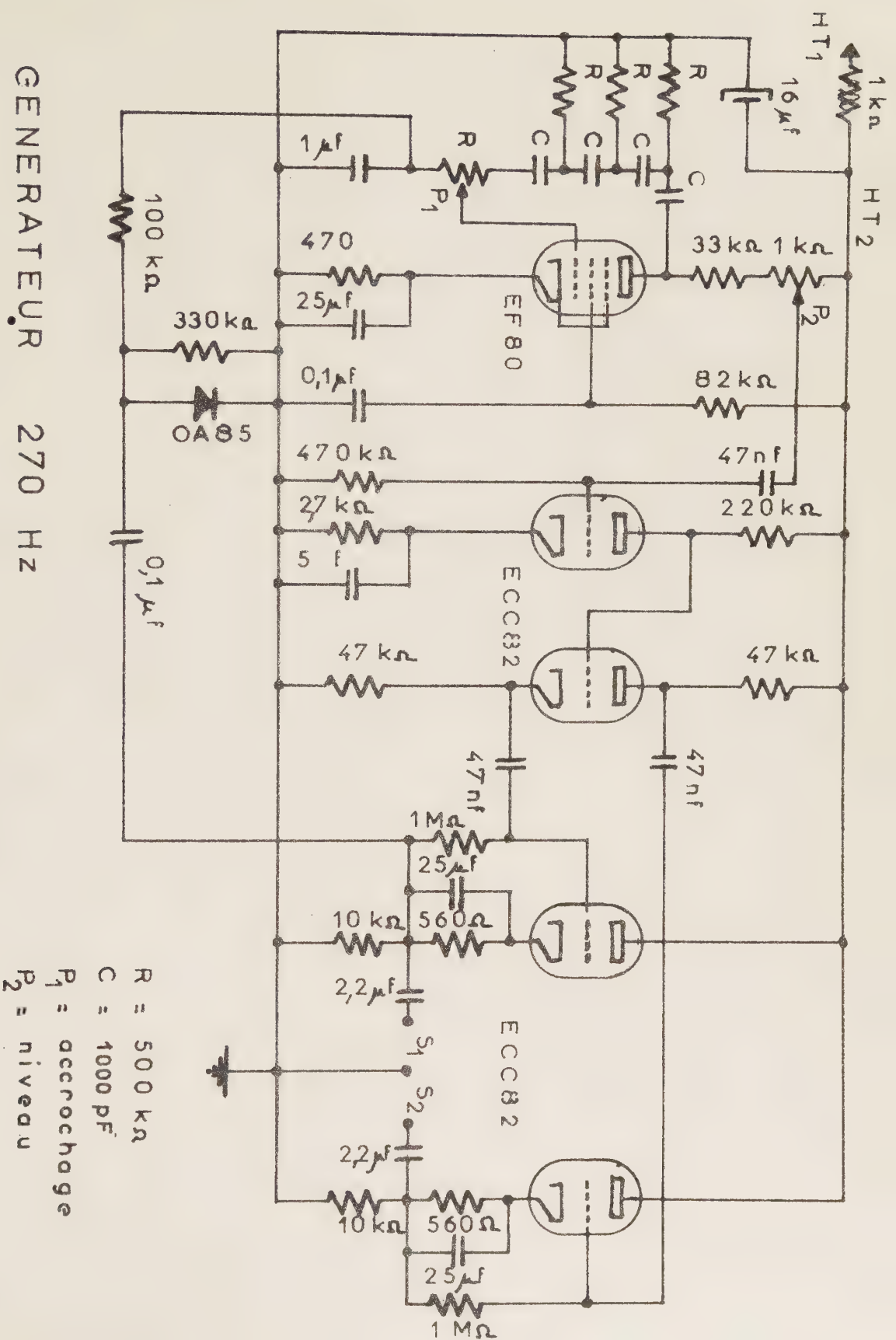
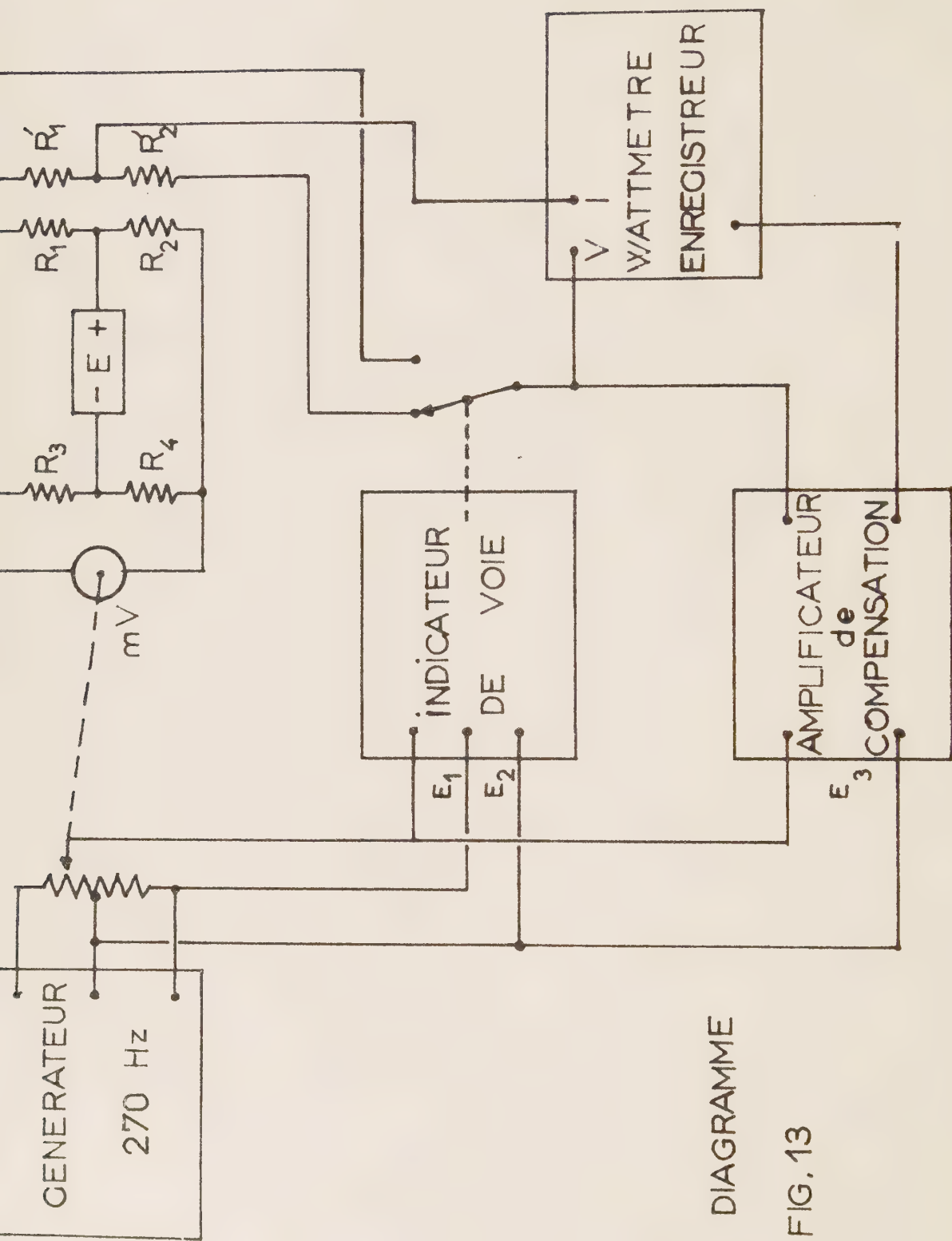


FIG 14

GENERATEUR 270 Hz

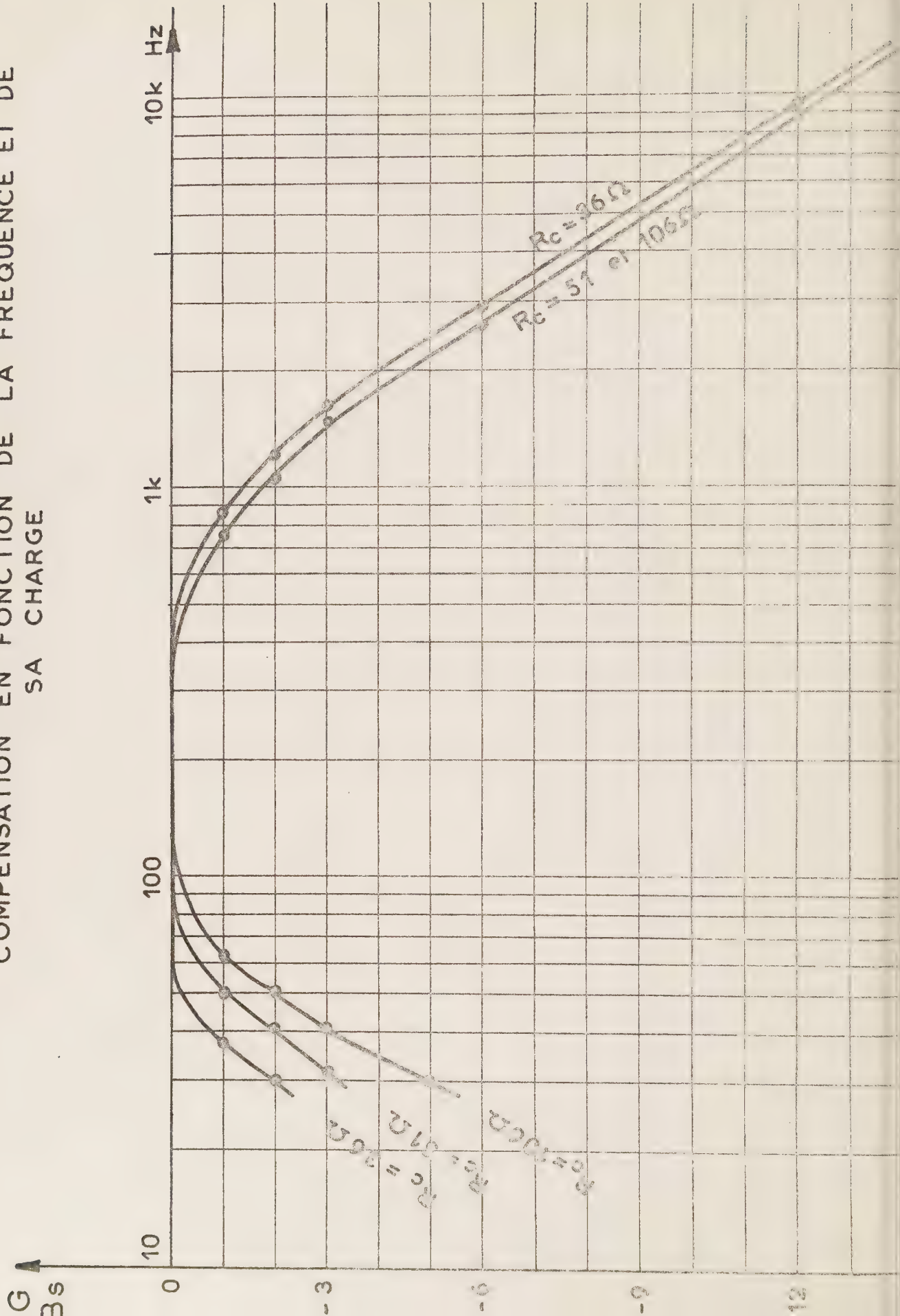
R = 500 kΩ
 C = 1000 pF
 P₁ = accrochage
 P₂ = niveau



BLOC DIAGRAMME

FIG. 13

COURSE DE L'AMPLIFICATEUR DE COMPENSATION EN FONCTION DE LA FRÉQUENCE ET DE SA CHARGE



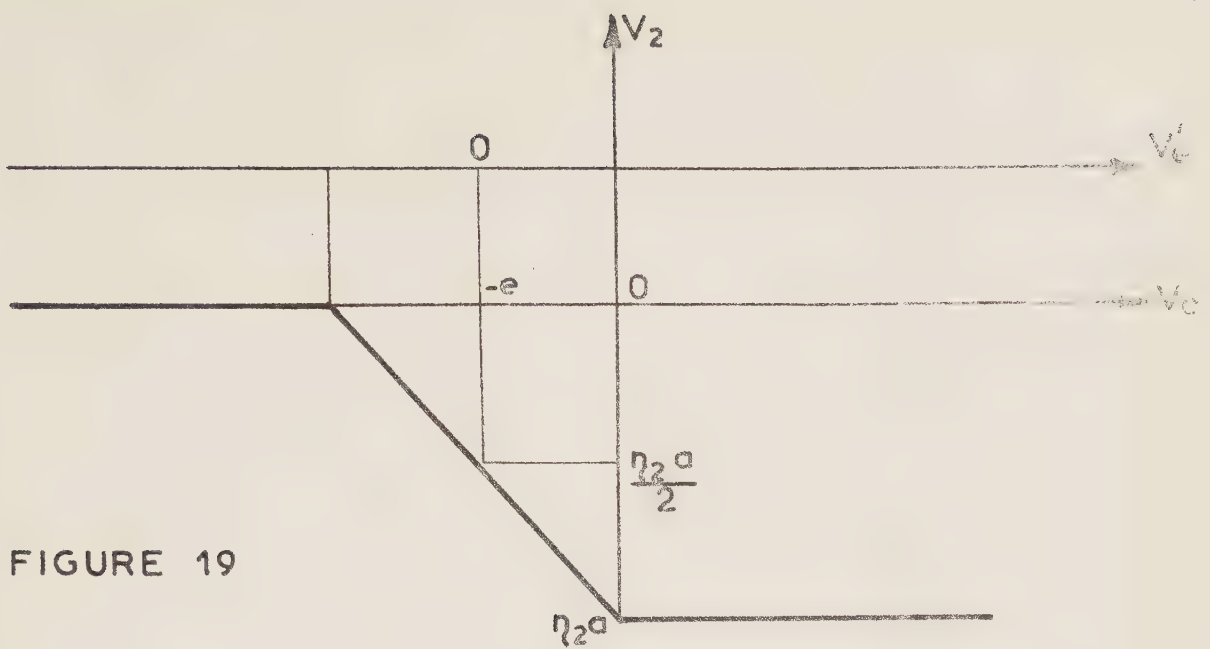


FIGURE 19

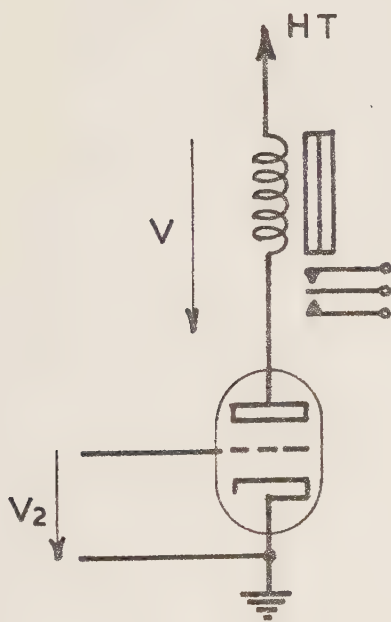


FIGURE 20a

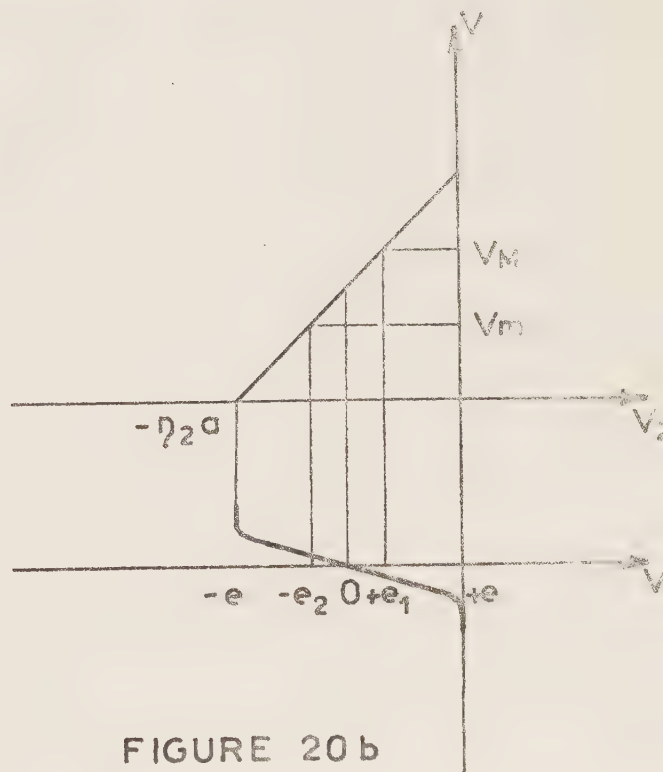


FIGURE 20b

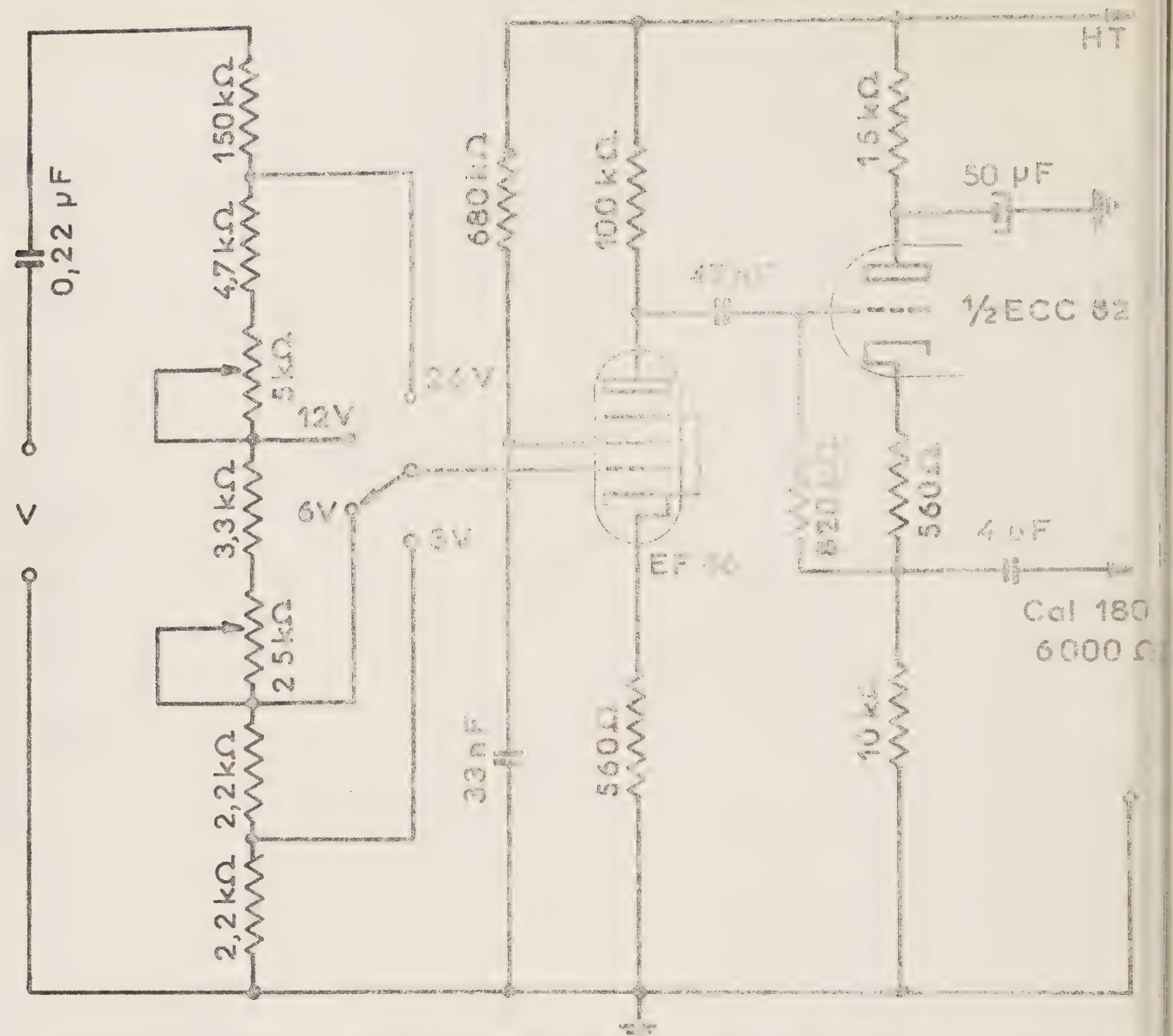


FIGURE 21a AMPLIFICATEUR DE TENSION

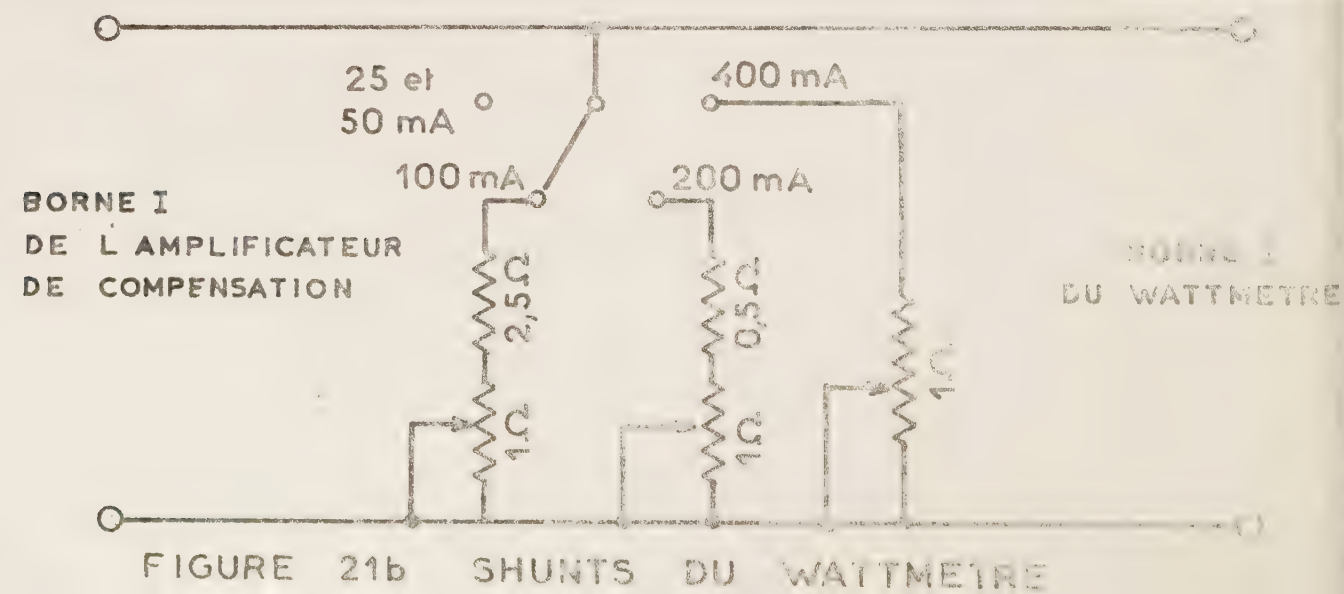


FIGURE 21b SHUNTS DU WATTMETRE

CHAPITRE IV

- Etude du système asservi - (S.A.)

Nous étudierons la réponse de système asservi dans deux cas :

- 1°/ la puissance injectée a un niveau constant : cas des étalonnages et des réactions très lentes
- 2°/ la puissance injectée varie rapidement en fonction du temps : cas général.

I/ Cas d'un phénomène permanent.

Variation du taux de réinjection avec la puissance incidente.

Lors d'un régime permanent chaque cellule peut être considérée comme une enceinte isotherme de capacité calorifique μ reliée au bloc calorimétrique par une conductance thermique C . Si on envoie dans cette enceinte

une puissance ΔP sa température variera de Δt . Le ΔP peut-être considéré comme positif si on fournit des calories à l'enceinte et négatif si on lui en retranche (réaction endothermique lente, circulation d'un fluide froid, effet Peltier...). Plaçons-nous dans ce deuxième cas : la température de l'enceinte tend alors à diminuer :

$\Delta t < 0$. Le détecteur transforme cette variation de température en une tension $e = k \Delta t$. L'amplificateur réinjecte alors une tension $v = G e = k G \Delta t$ dans la résistance de compensation R et la puissance réinjectée nécessairement positive (effet Joule) vaut :

$$P_R = \frac{v^2}{R} = \frac{1}{R} (k G \Delta t)^2$$

Une fois le régime permanent établi, l'abaissement réel de la température de l'enceinte est :

$$\Delta t = \frac{\Delta P}{C} = \frac{P_i - P_R}{C}$$

.../...

On a donc : $\frac{P_i - P_R}{C} = \sqrt{\frac{P_R}{P_i}} \frac{1}{k G}$

Si on appelle $\lambda = \frac{P_R}{P_i}$ le taux de réinjection, celui-ci est alors

donné par l'équation : $\lambda + \frac{C}{k G} \sqrt{\frac{\lambda}{P_i}} - 1 = 0$

qui montre que le taux de réinjection n'est pas constant et reste fonction de la puissance incidente P_i . Ce résultat est incompatible avec l'utilisation que nous envisageons : à savoir mesurer P_i par l'intermédiaire de P_R .

Linéarisation du S.A.

Pour rendre le S.A. linéaire, il faut disposer d'un amplificateur dont la puissance de sortie soit proportionnelle à la tension d'entrée $P_R = G e = k G \Delta t$

On a alors : $\frac{P_i - P_R}{C} = \frac{P_R}{k G} \Rightarrow \lambda = \frac{P_R}{P_i} = \frac{1}{1 + \frac{C}{k G}}$

Le taux de réinjection est ici indépendant de P_i et d'autant plus voisin de l'unité que le produit $k G$ est grand devant C .

Si nous faisons maintenant une coupure dans la régulation correspondant au bloc diagramme de la figure 23, on aura :

$$V_S = k \Delta t = \frac{k P_R}{C} = \frac{k G}{C} V_e$$

Le rapport $A = \frac{V_S}{V_e} = \frac{k G}{C}$ sera appelé gain en boucle ouverte du S.A. et on a : $\lambda = \frac{A}{1 + A}$

L'erreur du S.A. $\xi = \frac{P_i - P_R}{P_i} = 1 - \lambda = \frac{1}{1 + A}$

est d'autant plus faible que le gain en boucle ouverte est élevé.

.../...

Réalisation de cet amplificateur (figure 24)

On distingue deux parties :

1°/ un préamplificateur de tension à deux étages qui a pour but d'amener le signal alternatif d'erreur à un niveau suffisant (50 volts crête environ) pour que l'étage suivant joue bien son rôle (on retouchera au besoin la position de P_1 suivant l'amplitude initiale du signal d'entrée)

2°/ un correcteur $\sqrt{e}$ (11) dont la tension de sortie est proportionnelle à la racine carrée de la tension d'entrée (le signe de cette tension étant conservé). Il est réalisé au moyen de diodes 10 J 2 (figure 25 a) dont on utilise à la fois la tension de seuil (e_o) et la courbure de caractéristique (figure 25 b).

$$\text{Si } 0 < e < e_o \left(1 + \frac{R'_o}{R_o}\right) \Rightarrow \frac{V_S}{e} = \frac{R_o}{R_o + R'_o}$$

$$\text{Si } e_o \left(1 + \frac{R'_o}{R_o}\right) < e < e_o \left(2 + 2 \frac{R'_o}{R_o} + \frac{R'_o}{R_1}\right) \Rightarrow \frac{\Delta V_S}{\Delta e} = \frac{R_o R_1}{R'_o R_o + R'_o R_1 + R_o R_1}$$

et ainsi de suite ; finalement si les diodes avaient une résistance interne nulle à partir du seuil e_o on aurait une caractéristique composée d'une succession de segments de pente décroissante (figure 25 c). On ajuste alors les valeurs des résistances $R_o, R_1, \dots$ de façon que cette caractéristique approxime au mieux une parabole. La courbure des caractéristiques des diodes fait disparaître les points anguleux et la caractéristique relevée expérimentalement (figure 26) approche la parabole à 1 % près pour $e < 5$ volts. En réalité pour $e = 0$ il faudrait

avoir $\frac{dV_S}{de}$ infini, ce qui est irréalisable.

Le correcteur n'extraira donc pas la racine carrée pour les très faibles amplitudes.

En associant le système précédent à l'amplificateur de puissance décrit au chapitre III on obtient la courbe de réponse $P_S = f(V_e)$ de la figure 27 dont les échelles sont définies à une constante près suivant les positions des potentiomètres de gain du préamplificateur correcteur et de l'amplificateur de puissance.

.../...

On remarque une légère non-linéarité pour les faibles amplitudes, due à la remarque précédente.

Cas d'un dégagement permanent de chaleur dans la cellule laboratoire.

On a alors : $P_i > 0$ $\Delta t > 0$

Le système asservi réinjecte dans la cellule témoin. $\frac{P_R}{P_i}$ ne sera

égal à $\frac{A}{A+1}$ que si les coefficients d'échange thermique de chaque cellule par rapport au bloc sont identiques. Si non $\frac{P_R}{P_i} = \frac{A}{A+1} \frac{C'}{C}$

De plus dans ce cas le calorimètre n'est plus isotherme.

Des mesures faites en inversant les rôles des cellules laboratoire et témoin montrent que $C' \neq C$ et que l'erreur résultante est de l'ordre de 1 %.

II/ Cas d'un phénomène transitoire.

C'est en fait le cas général quand on veut effectuer des mesures (le cas précédent n'est valable que pour effectuer des étalonnages). Si un dégagement de chaleur a lieu à l'instant $t = 0$ dans la cellule laboratoire, le flux thermique traversant les enroulements détecteurs et compensateurs aura l'allure de la figure 28 (12). Il faut donc connaître la réponse du S.A. aux sollicitations transitoires.

Analyse harmonique.

Pour cela on étudie la variation du rapport $\frac{P_R}{P_i} = \lambda(\omega)$

pour des excitations sinusoïdales de fréquence variable (13).

On démontre comme précédemment que si

$\frac{V_S}{V_e} = A(\omega)$ est le gain en boucle ouverte on a $\lambda(\omega) = \frac{A(\omega)}{1+A(\omega)}$

et $\mathcal{E}(\omega) = \frac{1}{1+A(\omega)}$

λ et A complexes.

$|A|$ décroît en fonction de la fréquence pour de multiples raisons :

1°/ constante de temps thermique au niveau des enroulements
($\tau_1 \neq 80$ sec)

2°/ constante de temps mécanique du suiveur de spot
($\tau_2 \neq 0,3$ sec)

3°/ constante de temps électrique due à deux capacités de $5000 \mu F$ placées en parallèle sur les capteurs et destinées à éliminer le 50 Hz qui fait vibrer le spot du galvanomètre ($\tau_3 \neq 0,2$ sec)

4°/ constante de temps due à l'inertie du galvanomètre
($\tau_4 \neq 0,1$ sec)

5°/ des constantes de temps dues à l'appareillage électronique tout à fait négligeables devant les précédentes. Seul le temps de collage et de décollage du relais ne serait pas négligeable mais il est difficile à chiffrer et l'expérience montre que nous n'avons pas eu à en tenir compte vis à vis des phénomènes précédents.

A chacune des constantes de temps précédentes correspond une fréquence à partir de laquelle $|A|_{dB}$ décroît de 6 dB/oct ($f_1 = 2 \cdot 10^{-3}$, $f_2 = 0,5$, $f_3 = 0,8$, $f_4 = 1,5$ Hz...) et $|\varphi_A|$ augmente de 90° . Ainsi pour les fréquences $f_4 < f < f_5$: $|A|$ décroît de 24 dB/oct et φ_A tend vers -360° .

Un critère restreint de stabilité est que $|A|$ soit inférieur à l'unité (0dB) quand $\varphi_A = -180^\circ$ (14). On trace donc expérimentalement avec le dispositif de la figure 29 les courbes $|A|(\omega)$ et $\varphi_A(\omega)$.

On utilise deux galvanomètres SEFRAM couplés à des enregistreurs et on compare les élongations α_1 et α_2 en amplitude et en phase. La courbe d'amplitude dépend évidemment de la position des divers potentiomètres de gain mais ceux-ci avaient été réglés au début de cette expérience de façon que le système une fois bouclé soit juste on dessous du pompage.

Les courbes $|A(\omega)|$ et $\varphi_A(\omega)$ sont données figure 30. On transpose ces deux courbes dans une abaque de Black (figure 31) et on en déduit $|\lambda(\omega)|$ et $\varphi_\lambda(\omega)$ qui caractérisent le S.A. en boucle fermée (figure 32).

On constate sur cette figure que pour les très basses

fréquences : $|\lambda| = \frac{A_o}{1 + A_o} = 0,980$ ($A_o = 50$ ou 34 dB). L'erreur

de position due au S.A. est donc négligeable (2 %). Tant que $f < 0,2$ Hz $|\lambda|$ est inférieur à 1 dB soit une erreur de moins de 10%.

Pour $f = 0,3$ Hz, λ passe par un maximum dont l'amplitude varie extrêmement rapidement avec A_o . Dans le cas présent avec $A_o = 34$ dB $\lambda_{\max} = 2$ dB . Mais on voit sur la courbe de Black que si on augmente A_o de 2 dB $\lambda_{\max} = 5,5$ dB
de 4 dB $\lambda_{\max} = 11$ dB
de 8 dB $\lambda_{\max} = \infty$.

Le système entre alors en oscillation sur la fréquence 0,3 Hz environ. Les vérifications expérimentales concordent en tout point avec cette étude théorique.

En conclusion on ne peut pas augmenter le gain en boucle ouverte au-delà de 34 dB et donc réduire l'erreur statique à moins de 2 % sans risquer l'oscillation du S.A. On pourrait envisager d'améliorer ces performances avec des correcteurs à avance-retard de phase mais étant donné la forme de la courbe de Black il est à craindre que cette correction ne soit pas très efficace et d'ailleurs les performances du S.A. sont déjà bien supérieures à celles nécessitées par la constante de temps thermique du calorimètre : cette dernière varie de 120 à 200 secondes suivant la nature des échantillons.

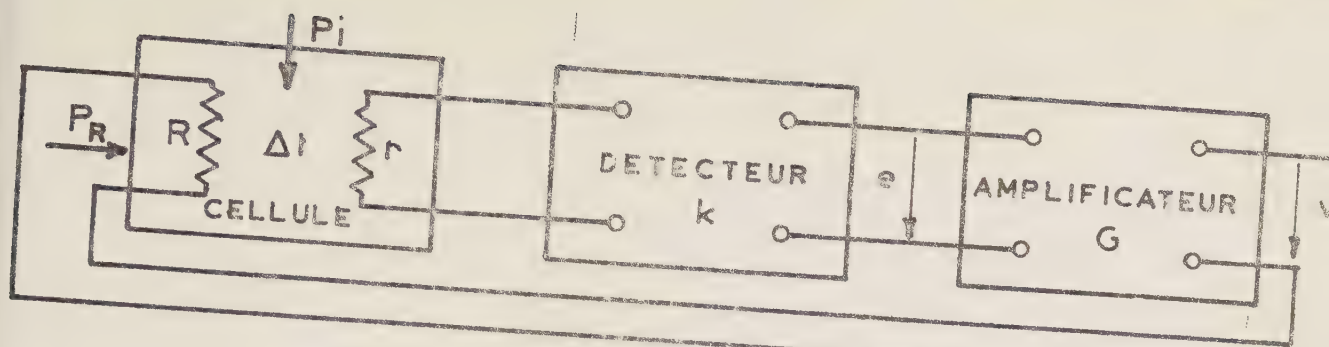


FIGURE 22

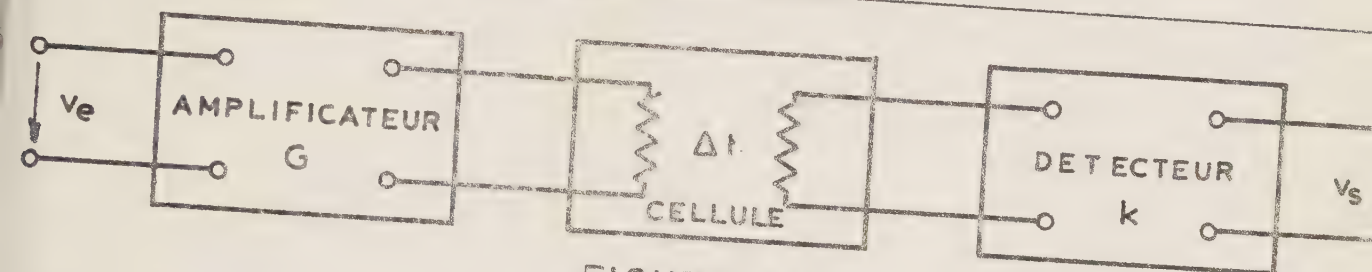


FIGURE 23

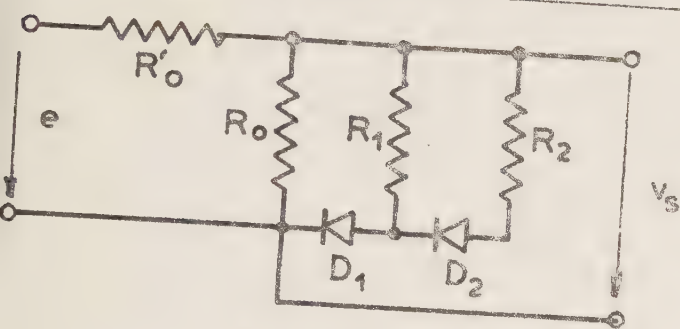


FIGURE 25a

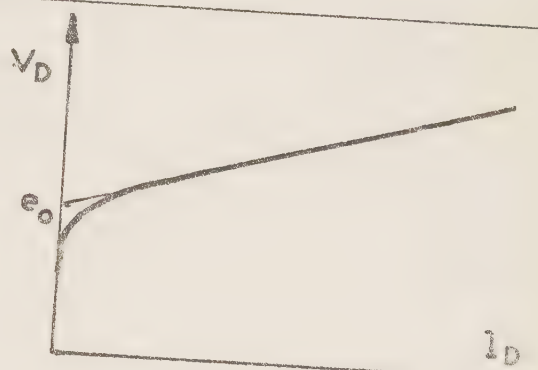


FIGURE 25b

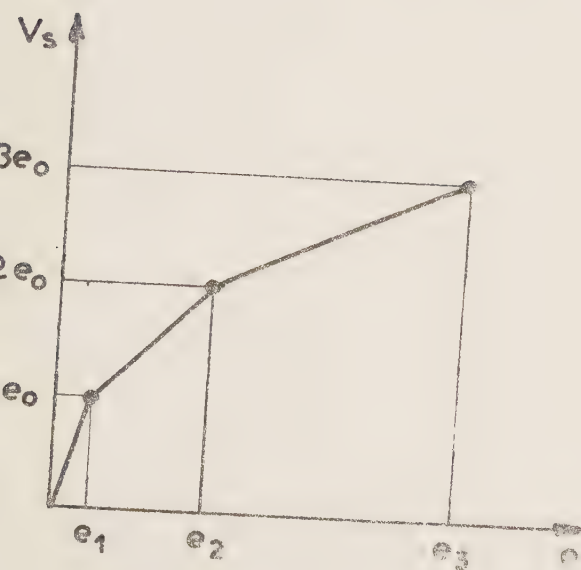


FIGURE 25c

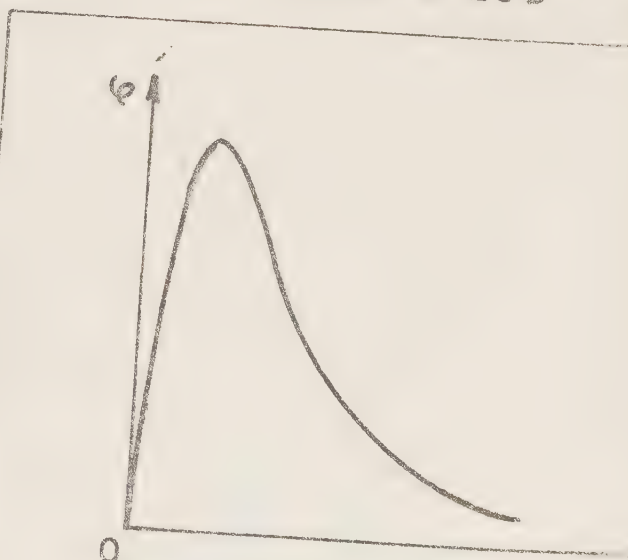


FIGURE 28

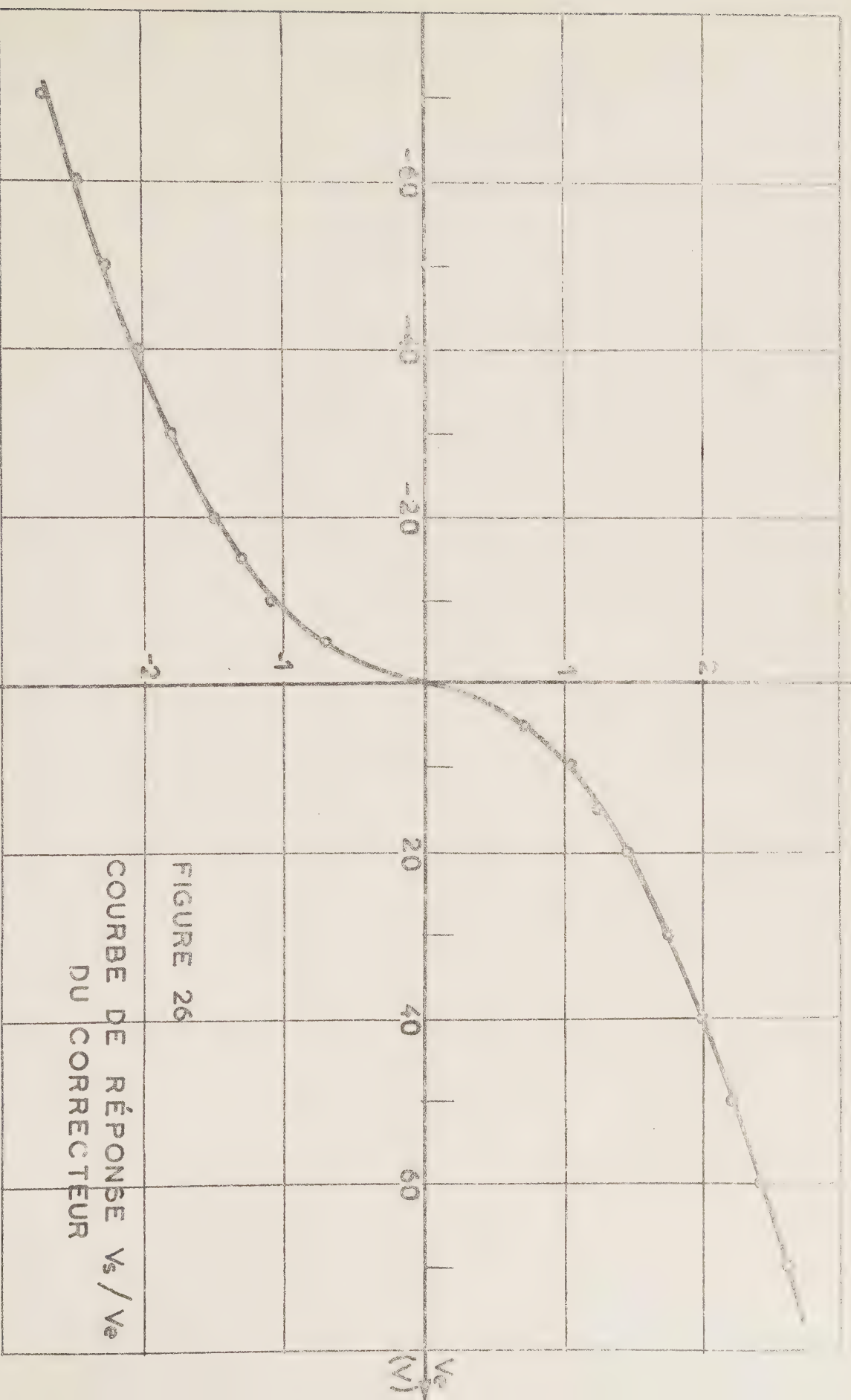


FIGURE 26

COURBE DE RÉPONSE V_s / V_e
DU CORRECTEUR

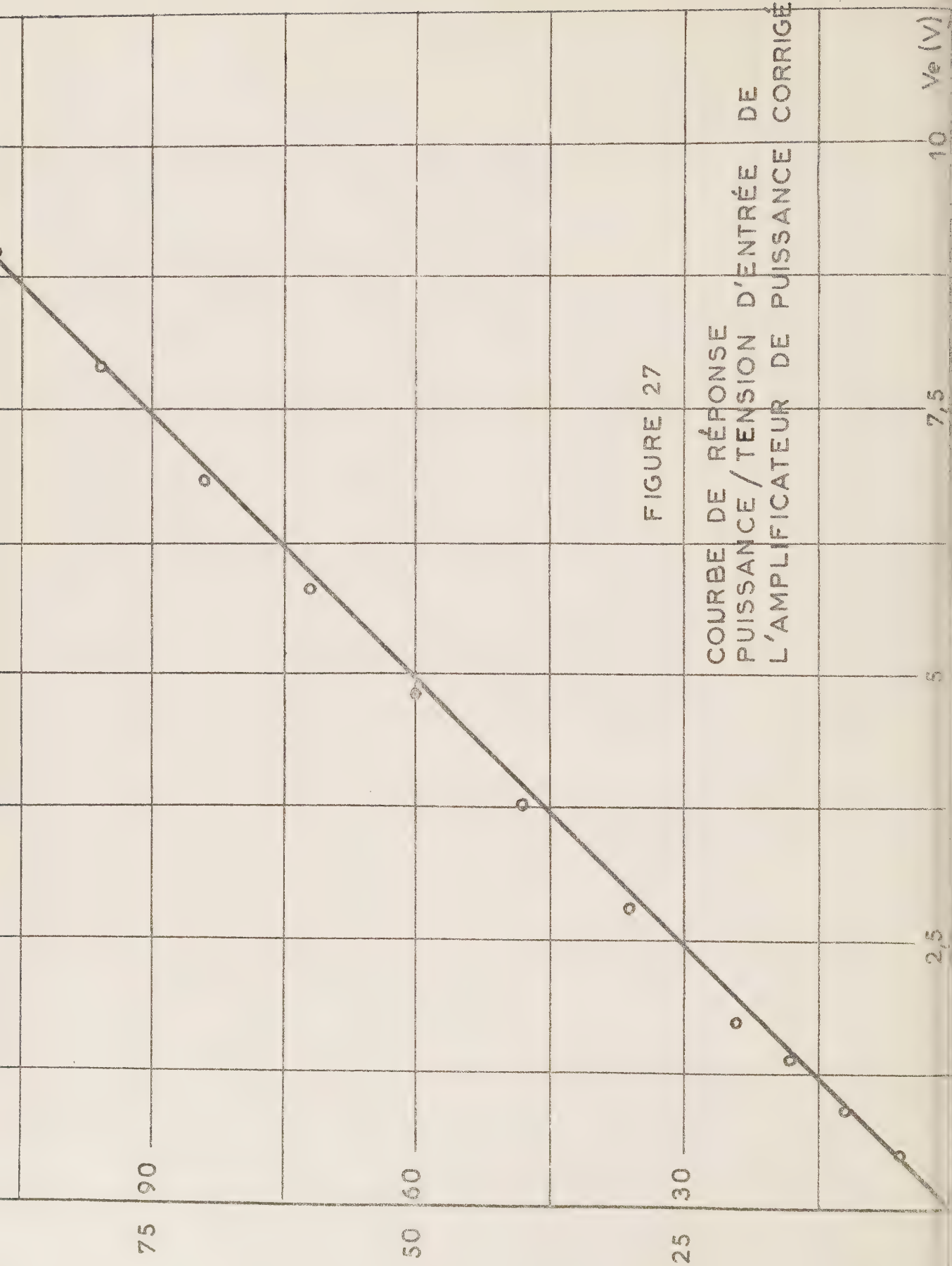


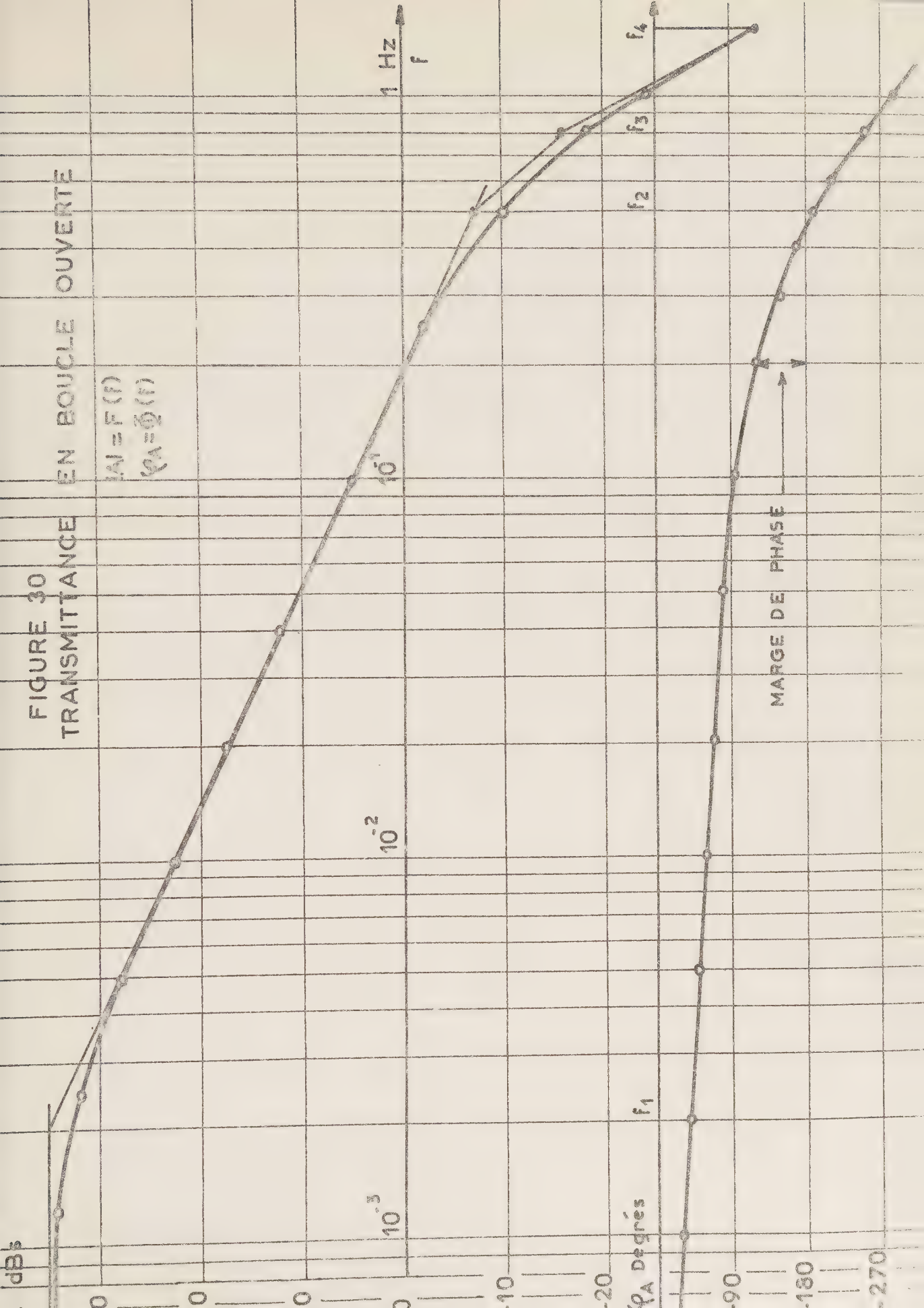
FIGURE 27

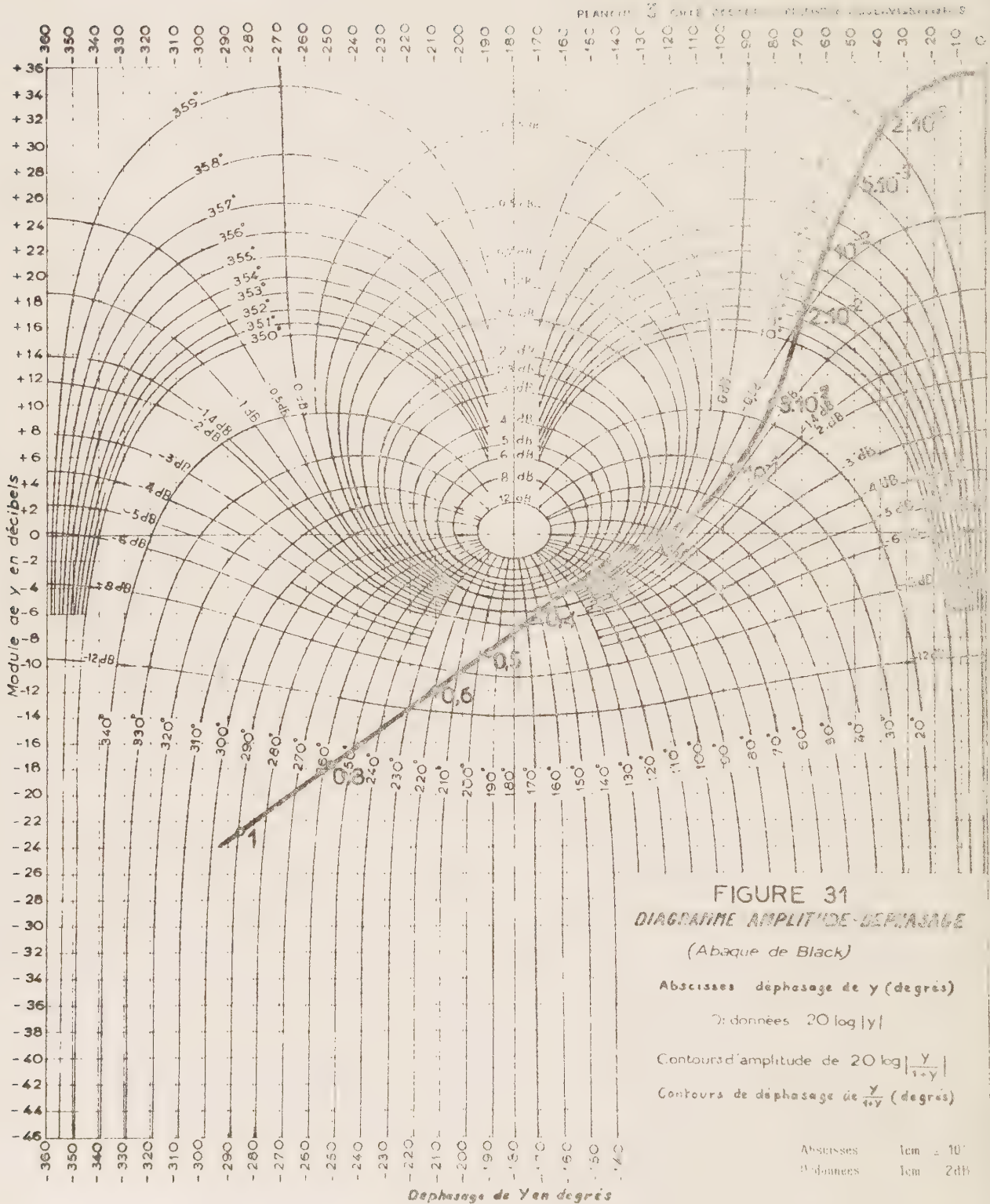
COURBE DE RÉPONSE
PUISSANCE / TENSION D'ENTRÉE DE
L'AMPLIFICATEUR DE PUISSANCE CORRIGÉ

FIGURE 30
TRANSMITTANCE EN BOUCLE OUVERTE

$$|A| = F(f)$$

$$\varphi_A = \Phi(f)$$





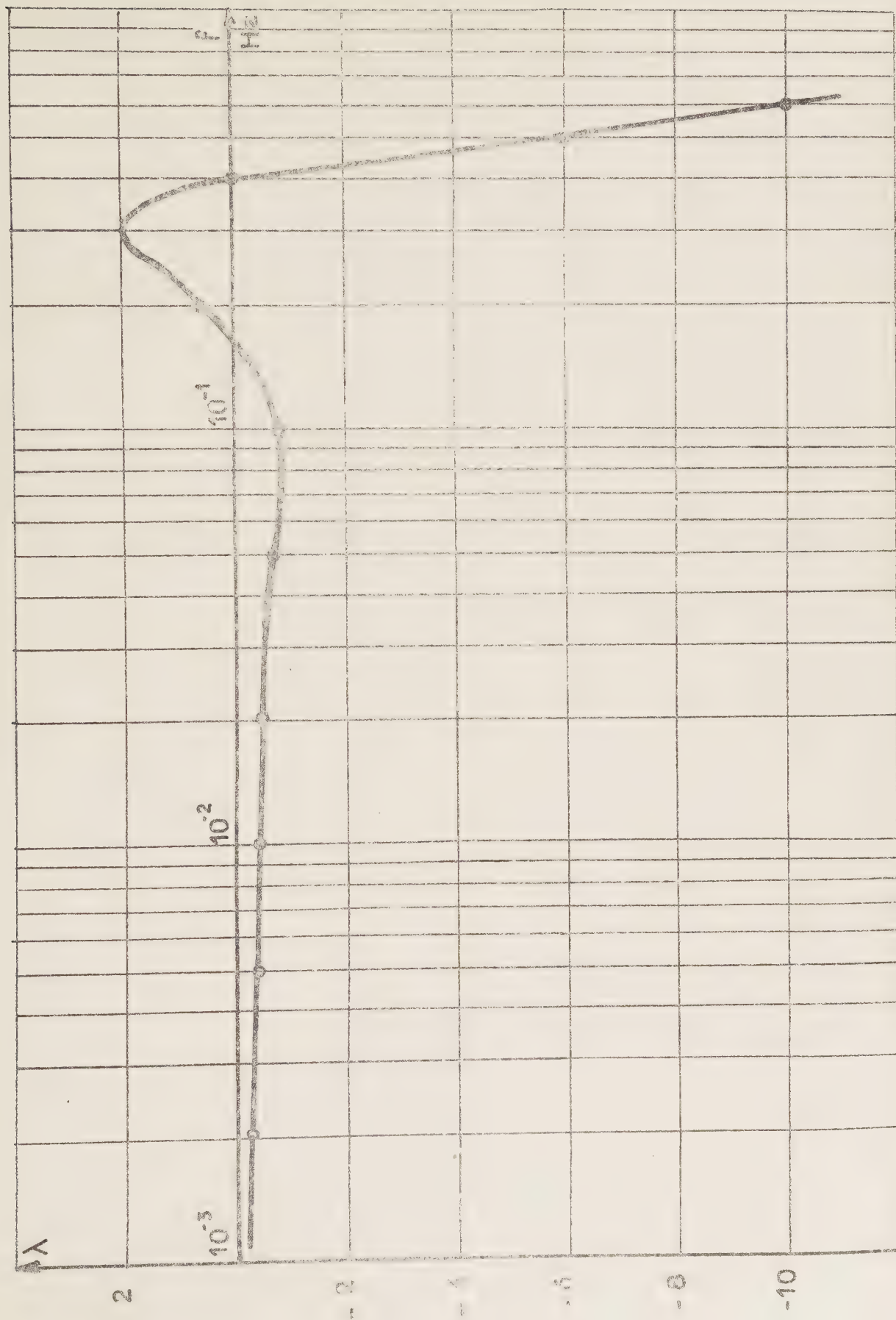


FIGURE 20. MODULUS OF TRANSMITTANCE IN DOUBLE-EXPOSED

CHAPITRE V

- Mesures -

Etalonnage du wattmètre.

Le dispositif d'étalonnage correspond au schéma bloc de la figure 33 dans lequel on distingue :

- un générateur de puissance BF CRG GB 511
- l'amplificateur de puissance sans correcteur de façon que la tension d'étalonnage soit bien sinusoïdale
- le wattmètre et ses accessoires : shunts et amplificateur de tension
- 3 résistances d'étalonnage (20 W) couvrant la plage de variation possible des enroulements de réinjection. L'utilisation de ces résistances permet de faire les étalonnages sans avoir à mettre le four en marche.
- un millivoltmètre PHILIPS GM 6012 (1 mV - 300 V) dont la précision est de 2,5% dans la plage 10 Hz, 1 MHz
- un milliampèremètre METRIX modèle 477 dont la précision est de 2,5% dans la plage 20 Hz, 20 KHz.

Nous nous plaçons sur la plus grande sensibilité du wattmètre (3 V, 25 mA) et nous obtenons les tableaux d'étalonnage n° 1 et 2. Ceux-ci montrent que :

- la sensibilité du wattmètre est indépendante de la résistance d'étalonnage. La valeur moyenne en est de $S_0 = 1,2 \text{ mV/A}$
- elle est indépendante de la fréquence : jusqu'à 10 KHz nous n'avons pas vu de variation supérieure à 5%. Il est cependant à remarquer que dans nos mesures le $\cos \varphi$ est toujours égal à l'unité mais le constructeur indique que la précision est de 0,5%, quel que soit le $\cos \varphi$ jusqu'à la fréquence de 1500 Hz. Nous avons déjà fait remarquer au chapitre 1 que malgré la forte capacité parasite des enroulements de réinjection on a dans toute la gamme $\text{tg} \varphi < 0,2$ ce qui correspond à $\cos \varphi > 0,98$.

- en adoptant comme sensibilité celle obtenue en faisant la moyenne de 10 mesures on ne trouve pas de mesures s'écartant de plus de 5% de la moyenne. Dans le tableau 1 ϵ désigne l'erreur par rapport à la valeur moyenne de la colonne et ϵ' celle par rapport à la valeur 1,2 mW/mm.

Nous avons en outre vérifié que le changement de calibre des shunts et de l'amplificateur associé au wattmètre n'apportait pas d'erreur supplémentaire ($< 1\%$). En utilisant le calibre 24 V - 400 mA on obtient donc une sensibilité minimum

$$S_1 = 128 S_0 = 154 \text{ mW/mm}$$

ce qui pour une déviation de 150 mm donne une puissance de 23 W. La gamme de sensibilité réalisée permet donc de couvrir tous les besoins de l'appareil.

Compte tenu des remarques précédentes la précision actuelle d'étalonnage est de 10%. Nous pensons que nous pourrions réduire celle-ci à 5% en utilisant des appareils de contrôle : voltmètre et ampèremètre d'une classe équivalente à celle du wattmètre mais malheureusement nous ne possédons pas de tels appareils dans notre laboratoire.

Mesure du taux de réinjection.

L'étude expérimentale du S.A. dont les résultats ont été donnés au chapitre IV nous a permis d'évaluer le taux de réinjection au niveau des enroulements de compensation, mais il est bien évident que quand on injecte une certaine puissance au centre de la cellule laboratoire (figure 34) une certaine partie P_1 de cette puissance parvient aux enroulements externes alors que l'autre P_2 sort par les extrémités de la cellule. Etant donné la disposition du container par rapport à la cellule et la nature des échanges thermiques (conduction à basse température + rayonnement à haute température) il était à craindre que

le rapport $\frac{P_2}{P_1}$, si faible soit-il, soit fonction de la température.

Dans cette hypothèse le taux de réinjection serait inférieur à l'unité et varierait au cours d'une analyse thermique.

Heureusement le même phénomène a lieu pour la puissance réinjectée : une partie P_3 de cette puissance sert à réchauffer la cellule, alors que l'autre P_4 fuit vers l'extérieur. Le rapport $\frac{P_4}{P_3}$

reste faible lui aussi étant donné la différence des gradients de température entre les deux directions considérées et la faible conductivité thermique due à l'absence de contact entre la paroi externe de la cellule et le bloc calorimétrique.

Il était donc intéressant d'évaluer le taux de réinjection réel

$$\lambda_R = \frac{P_3 + P_4}{P_1 + P_2} \quad \text{en mesurant avec précision les puissances}$$

électriques fournies au centre de la cellule laboratoire au moyen d'une sonde TELEC de $100\text{-}\Omega$ et la puissance réinjectée correspondante.

Cette mesure a été faite à différentes températures, tableau III. Celui-ci montre que le taux de réinjection a une valeur moyenne voisine de l'unité quelle que soit la valeur de la puissance injectée et la température du bloc.

On remarque de plus qu'à haute température 350°C la dispersion des résultats semble diminuer. Cela pourrait être dû à une augmentation des échanges thermiques à ces températures.

Etude de la dérive.

Il était intéressant d'apprécier quelle était la dérive de l'appareil en montée de température.

En plaçant dans chaque cellule la même quantité d'alumine pure et en programmant une montée linéaire de température à la vitesse constante de $50^\circ\text{C}/\text{heure}$, jusqu'à 600°C nous n'avons pas observé de dérive supérieure à 10 mW . L'enregistrement de la tension réinjectée a alors l'allure suivante (figure 35). Le niveau constant est obtenu dès que la vitesse de montée du four se stabilise à la valeur prescrite. De plus ce niveau augmente avec la vitesse de montée en température. Il est donc probable que la dérive observée est due à une différence de capacité calorifique des deux cellules qui pourrait provenir d'une dissymétrie d'épaisseur des couches de ciment alumineux enrobant les enroulements.

Cet inconvénient qu'il est difficile d'éliminer totalement étant donné le caractère artisanal de la fabrication des cellules n'est pas très gênant car il peut parfaitement être éliminé en jouant sur la capacité calorifique du corps témoin utilisé.

On pourrait cependant supposer qu'un certain déséquilibre résulte de la non-identité des capteurs thermo-résistants. Soit :

$$r = r_0 (1 + \alpha t) \text{ pour la cellule laboratoire}$$

$$r' = r'_0 (1 + \alpha t) \text{ pour la cellule témoin.}$$

L'équilibre étant réalisé à température ambiante les résistances d'équilibrage R_3 et R_4 seront telles que :

$$r_0 R_4 - r'_0 R_3 = 0$$

Le calcul du courant traversant le galvanomètre fait au chapitre II donnerait alors :

$$i = \frac{E [r_0 (1 + \alpha t) R_4 - r'_0 (1 + \alpha t) R_3]}{D} = 0$$

Cette dissymétrie des capteurs n'a donc pas d'effet à condition que les résistances R_3 et R_4 soient bien stables et placées dans une enceinte isotherme et que les fils de jonction aient une résistance négligeable vis à vis de r_0 et r'_0 ou du moins ajustée dans le rapport r_0/r'_0 . L'expérience montre qu'une correction par résistance auxiliaire en série avec un fil de jonction ne diminue pas la dérive constatée.

Mesures en analyse thermique différentielle.

Nous avons commencé pour tester l'appareil par faire la mesure d'une chaleur latente de fusion d'un corps bien connu. Cette mesure a été effectuée avec 3,44 gr d'étain et a conduit à une énergie réinjectée de 199 joules. Ce qui correspond à $L = 13,8 \pm 1,4$ cal/gr, la valeur couramment admise (15) étant de 14,15 cal/gr. L'erreur de mesure est ici de 2%.

Nous avons repris ensuite les mesures de M. RICHARD (4) sur la transition antiferroélectrique - paraélectrique du zirconate de Plomb. Nous avons obtenu les résultats suivants (figure 36)

$$Q = 18 \text{ Cal pour } 11,8 \text{ gr de PbZrO}_3$$

ce qui correspond à

$$\Delta H = 526 \text{ Cal/mole } (\pm 10\%)$$

Le décalage du zéro après la transition correspondait à un ΔP de 4,8 mW pour une vitesse de montée de 26°C/heure. La variation de chaleur spécifique est donc pour la transition du corps étudié

$$\Delta C_p = \frac{4,8 \times 3600 \cdot 10^{-3}}{4,18 \times 11,8 \times 26} = 1,3 \cdot 10^{-2} \text{ cal/gr } ^\circ\text{C } (\pm 20\%)$$

Les valeurs trouvées par M. RICHARD étaient :

$$\Delta H = 555 \pm 30 \text{ cal/mole } \quad \Delta C_p = (1,3 \pm 0,13) \cdot 10^{-2} \text{ cal/gr.deg}$$

Perspectives d'utilisation en calorimétrie balistique.

L'appareil réalisé répondant bien aux sollicitations rapides, nous envisageons de l'utiliser :

1°/ pour la détermination de chaleurs spécifiques dans la gamme 0-600°C. Pour faire cette mesure nous placerons un second four au-dessus du premier et nous programmerons sa température à 10 ou 20°C en dessous de celle du calorimètre. L'échantillon sera placé dans une nacelle pouvant descendre rapidement depuis le four supérieur jusque dans la cellule laboratoire. La réaction étant alors endothermique le calorimètre restera à la même température. Nous espérons en programmant une montée linéaire de 40°C/heure et en effectuant automatiquement une plongée toutes les 15 minutes obtenir des conditions expérimentales suffisamment identiques pour que le dépouillement des résultats fasse apparaître les variations éventuelles de chaleur spécifique de l'échantillon.

Une telle manipulation est actuellement en cours d'étude.

2°/ Pour la détermination des énergies de guérison de matériaux irradiés. (16) (17).

TABLEAU I

ETALONNAGE DU WATTMETRE : Calibre 2,5 mA - 3 V à 270 Hz

R_c (Ω)	V (V)	I (mA)	d (mm)	W (mW)	S (mW/mm)	ε	ε'
51	1,1	21,5	20	23,7	1,18	- 1,7%	
	1,38	27	30	37,2	1,24	+ 3,3%	
	1,58	31	40	49	1,22		
	1,75	34,5	50	58,7	1,18		
	1,92	37,6	60	72,2	1,20		
	2,07	40,7	70	84,2	1,20		
	2,22	43,6	80	97	1,21		
	2,3	46,2	90	106	1,18		
	2,46	48,7	100	120	1,20		
	2,58	50	110	129	1,18		
	2,69	52	120	145	1,21		
	2,82	54,2	130	153	1,18		
	2,94	57	140	167	1,19		
	3,04	59	150	179	1,20		
106	1,56	15	20	23,4	1,17	$S_{\text{moy}} = 1,20\text{mW/mm}$ - 4%	- 2,5%
	1,98	18,5	30	37,6	1,25	+ 2,5%	+ 4%
	2,28	21,5	40	49	1,22		
	2,52	23,8	50	60	1,20		
	2,76	26	60	72	1,20		
	2,98	28	70	83,5	1,19		
	3,25	30,5	80	99	1,24		
	3,42	32,5	90	111	1,22		
	3,6	34,3	100	123	1,23		
	3,8	36,2	110	138	1,25		
	4	35,8	120	151	1,25	$S_{\text{moy}} = 1,22\text{mW/mm}$	

.../...

$R_c (\Omega)$	$V (V)$	$I (mA)$	$d (mm)$	$W (mW)$	$S (\frac{mW}{mm})$	ξ	ξ'
36	1,14	32	30	36,4	1,21		
	1,32	37	40	49	1,22	+2,5%	+1,7%
	1,46	41,2	50	60,2	1,20		
	1,6	45,2	60	72,2	1,20		
	1,73	48,8	70	84,5	1,20		
	1,86	51	80	95	1,19		
	1,96	54	90	106	1,18		
	2,06	57	100	117,5	1,18		
	2,17	60	110	130,5	1,18		
	2,25	62	120	140	1,17	-1,7%	-2,5%
	2,34	65	130	152	1,17		
	2,42	67,5	140	163	1,17		
	2,52	70	150	176,5	1,17		
						$S_{moy} = 1,19 mW/mm$	

TABLEAU 2

ETALONNAGE DU WATTMETRE EN FONCTION DE LA FREQUENCE (calibre 3 V - 2, 5 mA)

$R_c (\Omega)$	F (Hz)	d (mm)	V (v)	I (mA)	W (mW)	S ($\frac{mW}{mm}$)
51	270	50	1,75	34,5	60,3	1,2
		100	2,46	48,7	120	1,2
		150	3,04	59	180	1,2
	540	50	1,72	34	58,5	1,17
		100	2,42	48	116	1,16
		150	3	58	174	1,16
	810	50	1,71	33,6	56,5	1,13
		100	2,42	47,8	116	1,16
		150	3	58	174	1,16
	1080	50	1,72	33,6	58	1,16
		100	2,42	47,7	115	1,15
		150	3	57,3	172	1,15
	1620	50	1,74	33,8	59	1,18
		100	2,42	47,7	115	1,15
		150	3	57	171	1,14
	2160	50	1,72	33,6	58	1,16
		100	2,42	47,5	115	1,15
		150	3	57	171	1,14
	3500	50	1,72	33,6	58	1,16
		100	2,42	47,5	115	1,15
		150	3	57	171	1,14
	10000	50	1,74	33,5	58,5	1,17
		100	2,43	47,5	115	1,15
		150	3,02	57	171	1,14

TABLEAU 3
MESURE DU TAUX DE REINJECTION

T (°C)	V _i (V)	I _i (mA)	P _i (mW)	P _R (mW)	λ (%)
25	3	17,5	52,5	51,8	99
	4	23,5	93	89	95
	5	28	140	141	101
	7	38,5	270	258	96
	10	54	540	547	101
	15	77	1155	1190	103
	20	95	1900	1850	97
	25	110	2740	2680	98
	30	122	4720	4720	100
	40	143	5700	5920	104
	50	160	8070	8250	102
	70	185	13000	13500	104
150	5	20,5	102,5	96	94
	7	28,5	200	200	100
	10	40,2	402	384	96
	20	77	1540	1500	97,5
	30	105	3150	3160	100
	40	127	5070	5030	99
	50	144	7200	7400	103
	70	173	12100	12300	102
350	5	13,5	67,5	66,5	98,5
	10	26,5	265	260	98
	20	50	1000	970	97
	30	72	2160	2090	96,5
	40	93	3720	3640	98
	50	111	5550	5450	98,5
	70	145	10150	10000	98,5

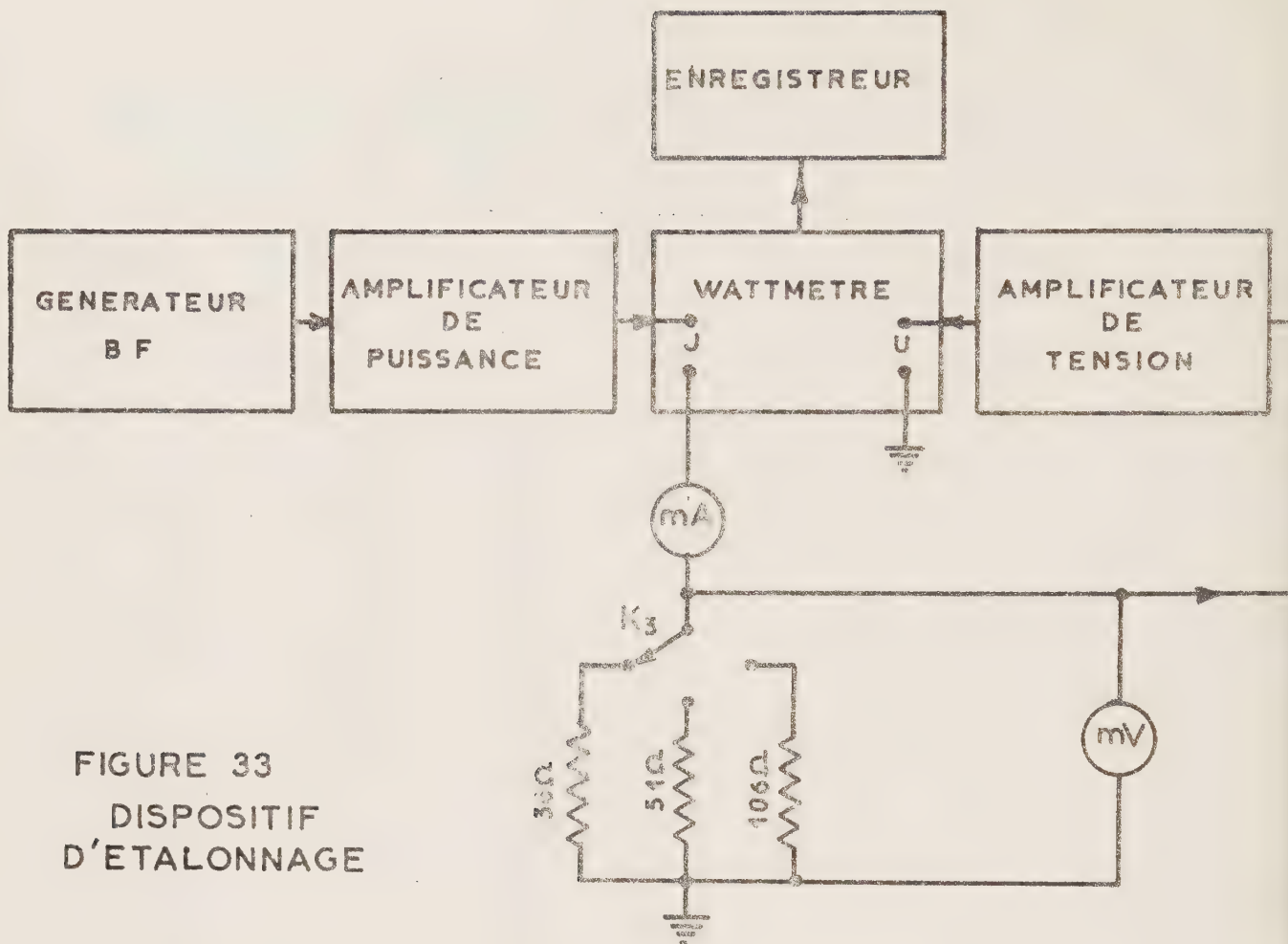


FIGURE 33
DISPOSITIF
D'ETALONNAGE

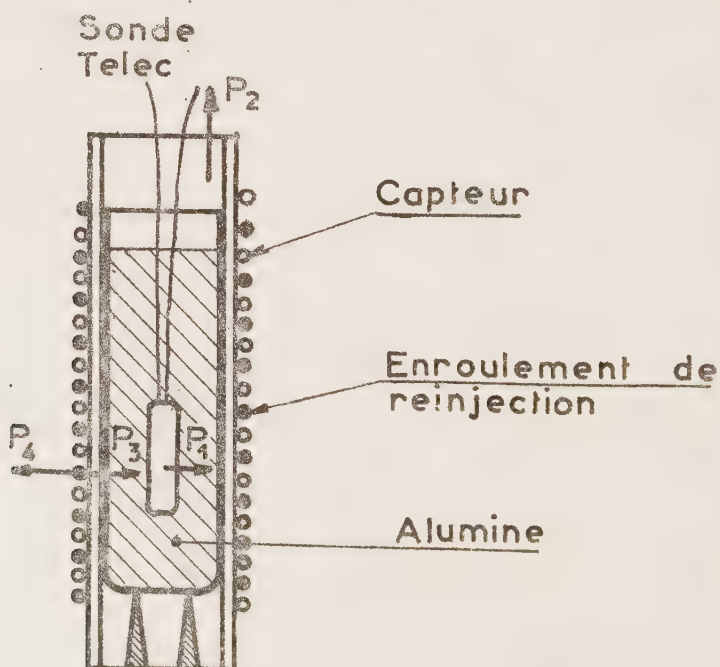


FIGURE 34

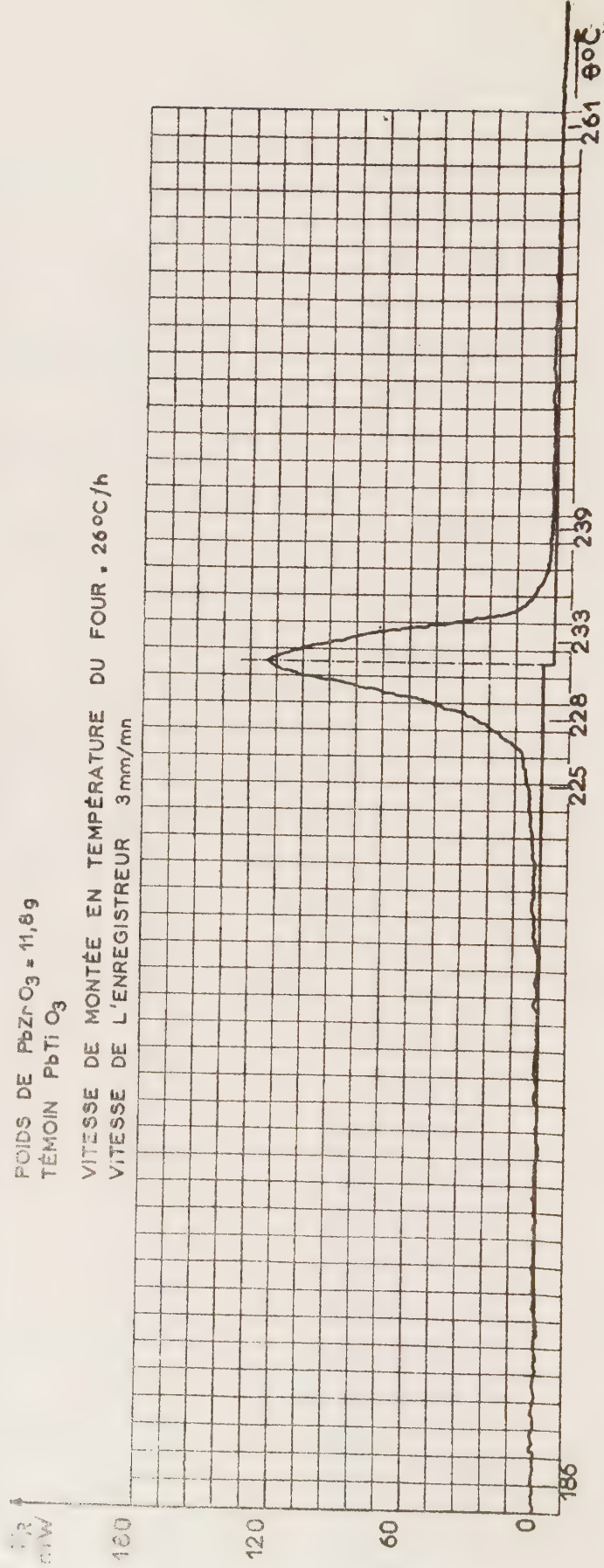


FIGURE 35 — ALLURE DE LA DÉRIVE POUR UNE VITESSE DE MONTÉE EN TEMPÉRATURE DE 50°C/h

FIGURE 36
ENREGISTREMENT DE LA TRANSITION ANTIFERROÉLECTRIQUE - PARAÉLECTRIQUE
DU PbZrO_3

POIDS DE $\text{PbZrO}_3 = 11,8\text{g}$
TÉMOIN PbTiO_3

VITESSE DE MONTÉE EN TEMPÉRATURE DU FOUR : 26°C/h
VITESSE DE L'ENREGISTREUR : 3mm/mn



CONCLUSION

Le dispositif d'analyse thermique différentielle à capteurs thermorésistants et à réinjection que nous avons réalisé a les caractéristiques suivantes :

Gamme de puissance : 10 mW à 15 W

Gamme de température : 0 à 600°C

Précision : 10%

Dérive inférieure à 10 mW

Constante de temps du calorimètre comprise entre 120 et 200 sec.

L'utilisation de capteurs thermorésistants :

- simplifie la construction et rend l'accès des cellules plus aisée
- assure une bien meilleure intégration du flux de chaleur sortant des cellules puisque le capteur entoure complètement et régulièrement la surface latérale des cellules.

L'utilisation d'une réinjection asservie par effet Joule

- rend le calorimètre isotherme dans le cas des réactions endothermiques
- permet de fournir une puissance bien supérieure à celle que l'on peut obtenir en utilisant l'effet Peltier
- l'asservissement électronique rend la compensation complète et immédiate
- ceci permet de faire la mesure d'enthalpie par l'intermédiaire de la puissance réinjectée et supprime de ce fait les étalonnages longs et fastidieux. De plus la réponse reste linéaire dans le cas des fortes variations d'enthalpies : ce qui n'est pas le cas pour les dispositifs à thermocouples.

.../...

D'autre part, malgré sa faible sensibilité l'appareil permet de mesurer des chaleurs de transformation relativement faibles, car, à la différence des appareils utilisant l'intérieur d'un couple comme cellule laboratoire, on peut ici opérer sur des quantités de matière environ mille fois plus grandes (18)(19). Dans une gamme de température légèrement plus faible (20 - 600°C), ce dispositif a des performances analogues à celles des appareils d'analyse enthalpique différentielle à thermocouples existant actuellement ; cependant, sa simplicité d'emploi permet d'envisager son utilisation dans les mesures industrielles systématiques.

BIBLIOGRAPHIE

OUVRAGES GENERAUX

- TERMAN Radio Engineer Handbook. Mc Graw Hill. 1943
E. FROMY Mesures en Radiotechnique. Dunod. 1958.
BRUHAT Thermodynamique. Masson. 1962.
FLEURY et MATHIEU Chaleur, thermodynamique; état de la Matière.
Eyrolles 1961.
S.C.R. Manual General Electric Company.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1) RUTHERFORD et ROBINSON
Philosophical Magazine 25 - 314 - 1913
- 2) Max MICHEL
Bull. Soc. Chim. Fr. 1955 - p. 321
- 3) A. TIAN
Microcalorimétrie à compensation par effets Peltier et Joule.
Bull. Soc. Chim. Fr. 1923 - 33 - 427.
- 4) M. RICHARD. Bilan Energétique de Transitions ferroélectriques.
Thèse Lyon 1963.
- 5) R. REYNAUD, M. BERNARD, M. RICHARD, L. EYRAUD, J. ELSTON.
La Machine Outil. février 1965 page 57
- 6) A. TIAN
C.R. Acad. Sc. 178 - 705 - 7. 1924.
- 7) E. CALVET
C.R. Acad. Sc. 22, 1702 - 1948.
- 8) JL. PETIT, L. SICARD, L. EYRAUD
C.R. Acad. Sc. 1740 - 42 - 1961.
- 9) E. CALVET, H. PRAT
Microcalorimétrie. Masson. 1956.
- 10) J.P. OEMICHEN
Circuits Electroniques. Soc. Ed. Rad. 1960.
- 11) GUILLIEN
Electronique. Tome IV, p. 161, P.U.F. 1961.
- 12) E. CALVET, H. PRAT
Récents progrès en Microcalorimétrie. Monographie Dunod 1958.
- 13) GILLE, DECAULNE, PELLEGRIN
Théorie et Calcul des Asservissements. Dunod 1963.

- 14) P. NASLIN
Technologie et Calcul pratique de Systèmes Asservis.
Dunod 1958. p. 137
- 15) American Institute of Physics Handbook. Mc Graw Hill. 1963.
- 16) A. ROUX. Technique de Mesure de l'Energie Wigner de BeO irradié
aux neutrons. Thèse Lyon 1964.
- 17) A. ROUX, M. RICHARD, L. EYRAUD, J. ELSTON
J. Phys. T.25, p. 51. 1964.
- 18) PERKIN - ELMER
Documentation technique du "Differential Scanning Calorimeter"
Model D S C - 1.
- 19) MAZIERES
Thèse Paris 1951.

DEUXIEME THESE

Propositions données par la Faculté

Les points de transitions magnétiques

Vu :

Les Membres du Jury,

Professeur Ch. EYRAUD

L. EYRAUD

R. GOUTTE

M. RICHARD

Vu et approuvé :

Le Doyen de la Faculté des Sciences

J. BRACONNIER

Vu et accordé le permis d'imprimer :

Lyon, le 2 Février 1965

Le Recteur,

Président du Conseil de l'Université

P. LOUIS

